

**UNIVERSIDAD POLITÉCNICA SALESIANA
SEDE QUITO**

CARRERA: INGENIERÍA AMBIENTAL

Tesis previa para la obtención del título de: INGENIERA AMBIENTAL

TEMA:

**ESTUDIO DE LA BIODEGRADACIÓN DE BOLSAS OXO-
BIODEGRADABLES EN AGUA DULCE Y SALADA, SIMULANDO
CONDICIONES AMBIENTALES DE COSTA, SIERRA Y ORIENTE
ECUATORIANO.**

AUTORA:

NELLY JACQUELINE ESCOBAR SILVA

DIRECTORA:

ELENA DEL ROCÍO COYAGO CRUZ

Quito, junio de 2014

**DECLARATORIA DE RESPONSABILIDAD Y AUTORIZACIÓN DE USO
DEL TRABAJO DE TITULACIÓN**

Yo, autorizo a la Universidad Politécnica Salesiana la publicación total o parcial de este trabajo de titulación y su reproducción sin fines de lucro.

Además, declaro que los conceptos y análisis desarrollados y las conclusiones del presente trabajo son de exclusiva responsabilidad del autor.

Quito, junio 2014

Nelly Jacqueline Escobar Silva
C.C. 1723444525

DEDICATORIA

A mis padres Manuel Escobar y Fanny Silva quienes a lo largo de mi vida han velado por mi bienestar y educación siendo mi pilar fundamental en todo momento. Es por ellos que soy lo que soy ahora. Los amo con mi vida.

A mis hermanos David, Carolina y Andrés cómplices de mi vida y mejores amigos.

A mi sobrina Arell la bendición más grande de esta vida, que simplemente me enseña a ser una persona de bien día tras día.

A mis amigos de la universidad y carrera en especial a ustedes Daniela, Isabel y María Belén amigas incondicionales que caminamos juntas en esta meta a cumplir y con mucho sacrificio hoy en día la hemos realizado.

AGRADECIMIENTO

A la Ing. Elena Coyago e Ing. Ximena Borja quienes con su experiencia y paciencia han sido un aporte invaluable para el desarrollo de este trabajo de titulación y mi formación profesional.

ÍNDICE

INTRODUCCIÓN	1
 CAPÍTULO 1.....	3
REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA	3
1.1 Polímeros	3
1.1.1 Clasificación de los polímeros.	4
1.1.1.1 <i>En cuanto al origen.</i>	4
1.1.1.2 <i>Por la estructura de las moléculas y sus usos.</i>	4
1.1.1.3 <i>Por la forma de la cadena polimérica.</i>	5
1.1.1.4 <i>Por el tipo de monómero.</i>	7
1.1.2 Reciclaje.....	7
1.1.3 Metodologías utilizadas para la cuantificación de polímeros.	9
1.1.3.1 <i>Cuantificación de peso.</i>	9
1.1.3.2 <i>Cuantificación de espesor.</i>	10
1.1.3.4 <i>Espectroscopia de infrarrojo.</i>	10
1.1.3.5 <i>Prueba de tensión.</i>	11
1.2 Plásticos	12
1.2.1 Clasificación de los plásticos.	12
1.2.2 Bolsas plásticas.	12
1.2.3.1 <i>Materia prima de las bolsas plásticas.</i>	13
1.2.3.2 <i>Proceso de producción.</i>	13
1.3 Biodegradabilidad	15
1.3.1 Degradación.	15
1.3.2.1 <i>Tipos de degradación.</i>	15
1.3.2 Biodegradación.	17
1.3.2.1 <i>Plásticos degradable.</i>	17
1.4 Agua	18
1.4.1 Parámetros de calidad de agua.	19
1.4.1.1 <i>Oxígeno disuelto.</i>	20
1.4.1.2 <i>pH.</i>	20
1.4.1.3 <i>Conductividad.</i>	20
1.4.1.4 <i>Temperatura.</i>	21

1.4.2 Impacto ambiental de las bolsas en el agua.	21
--	----

CAPÍTULO 2..... 23

METODOLOGÍA 23

2.1 Selección de las bolsas biodegradables.....	23
2.1.1 Investigación bibliográfica.....	23
2.1.2 Muestreo de bolsas oxo-biodegradables.	23
2.2 Estudio de la biodegradabilidad.....	23
2.2.1 Establecimiento de condiciones ambientales.....	23
2.2.2 Diseño y construcción del biorreactor.....	24
2.2.3 Siembra de muestras oxo-biodegradables.....	24
2.2.4 Cuantificación experimental.	25
2.2.4.1 Cuantificación de peso.....	25
2.2.4.2 Cuantificación de espesor.....	25
2.2.4.3 Prueba de tensión.....	26
2.2.4.4 Calorimetría diferencial de barrido.....	26
2.2.4.5 Prueba de espectroscopia de infrarrojo.	27
2.2.4.6 Parámetros de calidad de agua.	27

CAPÍTULO 3..... 31

RESULTADOS Y DISCUSIÓN 31

3.1 Selección de las bolsas biodegradables.....	31
3.1.1 Investigación bibliográfica.....	31
3.1.2 Muestreo de bolsas oxo-biodegradables.	33
3.2 Estudio de la biodegradabilidad.....	33
3.2.1 Establecimiento de condiciones ambientales.....	33
3.2.2 Diseño y construcción del biorreactor.....	35
3.2.3 Siembra de las muestras oxo-biodegradables.	40
3.2.4 Cuantificación experimental.	42
3.2.4.1 Cuantificación de peso.....	42
3.2.4.2 Cuantificación de espesor.....	45
3.2.4.3 Prueba de tensión.....	49
3.2.4.5 Prueba espectroscopia de infrarrojo.	56
3.2.4.6 Parámetros de calidad de agua.	60

CONCLUSIONES.....	66
RECOMENDACIONES.....	68
LISTA DE REFERENCIAS	69
GLOSARIO DE TÉRMINOS.....	73
UNIDADES.....	75

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. <i>Simbología utilizada para polímeros</i>	8
Tabla 2. <i>Rangos típicos de pH en diferentes aguas</i>	20
Tabla 3. <i>Conductividad en algunos tipos de agua</i>	21
Tabla 4. <i>Puntos de muestreo del agua dulce y salada</i>	27
Tabla 5. <i>.Población del Ecuador</i>	31
Tabla 6. <i>Centros comerciales por región</i>	32
Tabla 7. <i>Porcentaje de uso de bolsas oxo-biodegradables y normales por región</i> ..	32
Tabla 8. <i>Temperatura establecida para la experimentación</i>	33
Tabla 9. <i>Variaciones temperatura de fusión por tipo de muestra y regiones</i>	55
Tabla 10. <i>Grupos funcionales de la muestra 1</i>	56
Tabla 11. <i>Grupos funcionales de la muestra 2</i>	57
Tabla 12. <i>Grupos funcionales de la muestra 3</i>	58
Tabla 13. <i>Grupos funcionales de la muestra 4</i>	59
Tabla 14. <i>Datos de los parámetros de control del agua para la experimentación</i>	60

ÍNDICE DE FIGURAS

<i>Figura 2.</i> Esquema polimerización por condensación.....	4
<i>Figura 3.</i> Estructura de los elastómeros.....	5
<i>Figura 4.</i> Estructura general de las fibras	5
<i>Figura 5.</i> Esquema de un polímero lineal.....	6
<i>Figura 6.</i> Esquema de un polímero ramificado	6
<i>Figura 7.</i> Esquema de un polímero entrecruzado	6
<i>Figura 8.</i> Esquema de un homopolímero.....	7
<i>Figura 9.</i> Esquema de un copolímero	7
<i>Figura 10.</i> Estructura molecular del polietileno	8
<i>Figura 12.</i> Estructura de la cadena de polietileno HDPE	9
<i>Figura 13.</i> Esquema de los componentes del equipo de DSC	10
<i>Figura 14.</i> Esquema de los componentes de un espectrofotómetro.....	11
<i>Figura 15.</i> Máquina para prueba de tensión	11
<i>Figura 16.</i> Diagrama del proceso de producción.....	14
<i>Figura 17.</i> División hidrográfica de cuencas	19
<i>Figura 18.</i> Playa de Atacames	28
<i>Figura 19.</i> Rio San Pedro-Machachi	28
<i>Figura 20.</i> Rio Malo	28
<i>Figura 21.</i> Carta de control de temperatura región Costa.....	34
<i>Figura 22.</i> Carta de control de temperatura región Sierra	34
<i>Figura 23.</i> Carta de control de temperatura región Oriente.....	35
<i>Figura 24.</i> Diseño del biorreactor	36
<i>Figura 25.</i> Vidrio templado del biorreactor	38
<i>Figura 26.</i> Tapa de policarbonato del biorreactor	38
<i>Figura 27.</i> Resistencias para agua	39
<i>Figura 28.</i> Caja de control y controlador de temperatura.....	39
<i>Figura 29.</i> Biorreactor en funcionamiento	40
<i>Figura 30.</i> Bolsas expuestas a rayos solares	41
<i>Figura 31.</i> Proceso de siembra de las bolsas oxo-biodegradables.....	41
<i>Figura 32.</i> Evolución del peso muestra 1	42
<i>Figura 33.</i> Evolución del peso muestra 2	43
<i>Figura 34.</i> Evolución del peso muestra 3	44

<i>Figura 35. Evolución del peso muestra 4</i>	<i>45</i>
<i>Figura 36. Evolución de espesor muestra 1</i>	<i>46</i>
<i>Figura 37. Evolución de espesor muestra 2</i>	<i>47</i>
<i>Figura 38. Evolución del espesor muestra 3.....</i>	<i>48</i>
<i>Figura 39. Evolución de espesor muestra 4.....</i>	<i>49</i>
<i>Figura 40. Evolución de tensión muestra 1</i>	<i>50</i>
<i>Figura 41. Evolución de tensión muestra 2</i>	<i>51</i>
<i>Figura 42. Evolución de tensión muestra 3</i>	<i>52</i>
<i>Figura 43. Evolución de tensión muestra 4</i>	<i>53</i>
<i>Figura 44. Evolución de pH región Costa</i>	<i>60</i>
<i>Figura 45. Carta de control pH región Sierra</i>	<i>61</i>
<i>Figura 46. Carta de control pH región Oriente.....</i>	<i>61</i>
<i>Figura 47. Evolución de conductividad región Costa</i>	<i>62</i>
<i>Figura 48. Evolución de conductividad región Sierra.....</i>	<i>63</i>
<i>Figura 49. Evolución de conductividad región Oriente.....</i>	<i>63</i>
<i>Figura 50. Evolución de OD región Costa</i>	<i>64</i>
<i>Figura 51. Evolución de OD región Sierra.....</i>	<i>65</i>
<i>Figura 52. Evolución de OD región Oriente</i>	<i>65</i>

ÍNDICE DE ANEXOS

Anexo 1: ASTM D6954 – 04 “Guía estándar para la exposición y prueba de plásticos se degradan en el Medio Ambiente por una combinación de oxidación y Biodegradación”.....	76
Anexo 2: “Método estándar de prueba para propiedades tensiles de láminas plásticas delgadas”.....	79
Anexo 3: ASTM D- 3418 -99 “Métodos estándar de prueba para temperatura de transición de polímeros por calorimetría diferencial de barrido”	84
Anexo 4: Temperatura máxima y mínima en el Ecuador. Año 2012.....	88
Anexo 5. Espectrogramas de FTIR resultado muestra 1 fresco, expuesto, y etapa de degradación región Sierra.	89

RESUMEN

El presente trabajo permitió el estudio de la biodegradación de cuatro tipos de bolsas oxo-biodegradables mediante condiciones ambientales simuladas en el agua dulce y salada de las regiones Costa, Sierra y Oriente ecuatoriano.

Como primera parte del estudio se realizó una investigación de las cadenas comerciales existentes en las regiones para luego seleccionar las bolsas más utilizadas para la venta de productos, luego se procedió al diseño y construcción de un biorreactor adecuado para la experimentación. Las muestras seleccionadas se sometieron a exposición a la intemperie dada por la radiación UV durante dos meses, posteriormente fueron colocadas en el biorreactor a condiciones de temperatura ambiental simulada en agua dulce y salada durante tres meses. La evolución de degradación se determinó mediante metodologías de cuantificación de peso, espesor, espectroscopia de infrarrojo, calorimetría diferencial de barrido y pruebas mecánicas de ensayos de tensión. Para el control del medio en donde estuvieron las muestras se realizaron mediciones en el agua de los parámetros de, pH, oxígeno disuelto y conductividad eléctrica.

De las pruebas realizadas en peso y espesor las muestras demostraron diferentes variaciones con aumentos y disminuciones a lo largo de la experimentación, a través de la prueba de espectroscopia de infrarrojo se identificó la presencia de distintos grupos funcionales que demostraron un inicio a un proceso de degradación.

Mediante el ensayo de tensión en las muestras existió un comportamiento con disminuciones bastantes considerables en el porcentaje de elongación y un comportamiento estable en la entalpia a través de la calorimetría diferencial de barrido.

ABSTRACT

This work allowed the study of the biodegradation of four types of oxo-biodegradable bags using simulated environmental conditions in freshwater and seawater from the coastal, sierra and oriente Ecuadorian regions.

As the first part of the study an investigation of existing retail chains in the regions was performed to select the samples then more used to sell products, then proceeded to the design and construction of a suitable bioreactor for experimentation. Selected samples were subjected to weathering by UV radiation given for two months, then were placed in the bioreactor under simulated ambient temperature in both fresh and salt water for three months. The evolution of degradation was determined by quantification methodologies weight, thickness, infrared spectroscopy, differential scanning calorimetry tests and mechanical tensile tests. To control the environment where measurements were samples in water parameters, pH, dissolved oxygen and electrical conductivity were performed.

.

Tests conducted in weight and thickness samples showed different variations with increases and decreases along experimentation via infrared spectroscopy test the presence of different functional groups which initially showed a degradation process identified.

In the thickness testing the behavior of the samples had a significant decrease in the elongation and a stable behavior in the enthalpy by differential scanning calorimetry.

INTRODUCCIÓN

En los últimos años ha aumentado el debate acerca del impacto ambiental que tiene el uso de las bolsas plásticas. Esta preocupación ha llevado a algunos gobiernos a crear leyes que restringen o incluso prohíben su uso. El problema principalmente de las bolsas plásticas radica en el consumo, su generación, pero sobre todo en la inadecuada disposición final de las mismas, haciendo que éstas terminen en lugares inapropiados como es el agua (ríos, quebradas, lagos, mares, etc.), causando contaminación para el ambiente. Algunas bolsas están elaboradas a base de petróleo y tardan varios años en degradarse provocando su acumulación, consecuencia de la cual varios mamíferos marinos y aves mueren al ingerirlos o quedar atrapados en ellas.

El plástico por ser un material de fácil procesamiento, grandes facilidades de manejo, versatilidad, económico, entre otros, se ha convertido en uno de los materiales más usados y adquiridos en la actualidad. Sin embargo, posee una baja capacidad para oxidarse y degradarse, siendo esta una gran desventaja. Razón por la cual desde mediados del siglo XX, las industrias tanto locales como internacionales se han visto en la necesidad de generar productos que sean amigables con el ambiente, lanzando una nueva línea de productos biodegradables, los cuales tienen como base polímeros y aditivos en los cuales a través de diferentes mecanismos se podría promover la fragmentación del polímero para facilitar el ataque microbiano posterior. No debemos pensar que los aditivos añadidos generan reacciones ajenas al proceso de degradación natural de los plásticos, sino que, al usarlos hace que el tiempo de degradación sea más corto que el normal.

El proceso degradativo básicamente está dado por dos etapas: una oxidación abiótica en la cual el aditivo añadido durante el proceso de fabricación se activa por algún factor abiótico, especialmente luz y/o calor, para reaccionar con el oxígeno ambiental y formar radicales libres, que reaccionan con el polímero produciendo macro radicales poliméricos que volverán a reaccionar con el oxígeno para generar la rotura de cadenas, obteniendo así productos de peso molecular bajo que son susceptibles al ataque enzimático de los microorganismos dando lugar a la segunda etapa de oxidación biótica (Quiróz, Cadena, Sinche, Chango, & Aldás, 2009, p. 180).

Los productos resultantes de las bolsas biodegradables deben ser dióxido de carbono, agua y biomasa, teniendo en cuenta que el mecanismo de degradación para las bolsas plásticas puede ser diferente de unas a otras, por lo tanto es importante la realización de diferentes estudios, ya que el hecho de que muchas bolsas tengan la etiqueta de oxo-biodegradables no quiere decir que es 100%gradable y que puede disponerse libremente en los rellenos sanitarios o en otro sitio provocando un incremento en la contaminación ambiental.

Entre los objetivos del trabajo están estudiar la degradación de bolsas oxo-biodegradables en agua dulce y salada, simulando condiciones ambientales de Costa, Sierra y Oriente, realiza un muestreo de bolsas oxo-biodegradables las más utilizadas en las grandes cadenas de ventas de productos y seleccionar cuatro tipos de bolsas plásticas más utilizadas para la venta de productos.

CAPÍTULO 1

REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

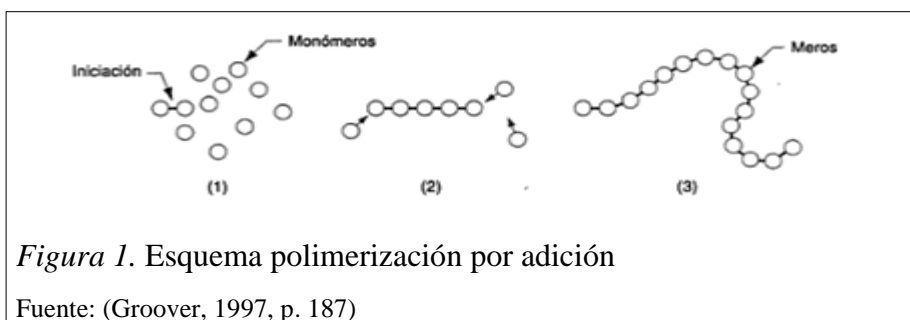
1.1 Polímeros

La palabra polímero procede de las raíces griegas poli, que significa muchos y mero, que significa partes. Por lo tanto un polímero es un compuesto formado por la unión química de pequeñas moléculas llamadas monómeros que se repiten cientos o miles de veces para formar largas cadenas (Gutiérrez, López, Arellano, & Ochoa, 2009, p. 385).

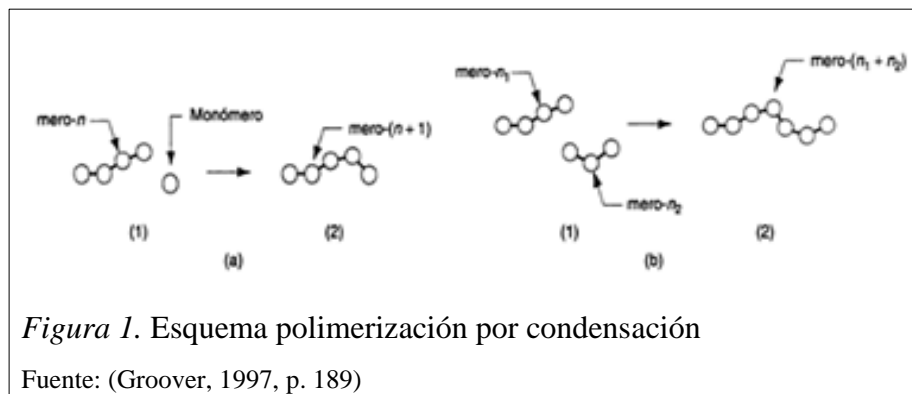
Un polímero es una sustancia química compuesta de moléculas extremadamente largas. El enlace de cada molécula es covalente y casi siempre la cadena principal está formada en su mayor parte o totalmente de átomos de carbono (Cowan, 1991, p. 35).

Los polímeros se forman haciendo reaccionar monómeros a través del proceso de polimerización que es una reacción química en la cual las moléculas de monómeros se unen entre sí para formar un polímero, este proceso normalmente requiere de la presencia de un catalizador para que se efectúe. Existen dos tipos de polimerización que son:

a) **Polimerización por adición:** cuando todos los monómeros se van enlazando unos con otros sin que ocurra un desprendimiento de átomos, no se generan subproductos, de manera que el producto polimérico contiene todos átomos del monómero inicial, como se indica en la figura 1. Ejemplo la polimerización del etileno para formar el polietileno, en donde todos los átomos que componen el monómero forman parte del polímero (Gutiérrez et al. 2009, p. 393).



b) Polimerización por condensación: ocurre cuando se unen monómeros distintos, con grupos funcionales diferentes, así el grupo funcional de un extremo de la cadena reacciona con el grupo funcional del extremo del otro monómero, como se indica en la figura 2. Tenemos las poliamidas, poliésteres, poliuretanos y policarbonatos (Gutiérrez et al. 2009, p. 396).



1.1.1 Clasificación de los polímeros.

Existen varias formas de clasificar a los polímeros así se tiene por su origen, por la estructura de sus moléculas y sus usos, forma de la cadena polimérica o tipo de monómero.

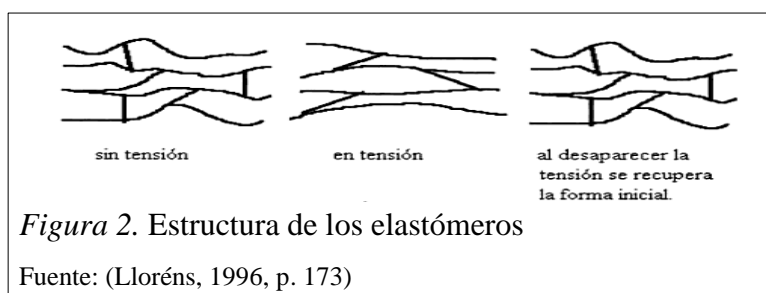
1.1.1.1 En cuanto al origen.

- **Naturales:** Son aquellos polímeros existentes en la naturaleza, están presentes en los seres vivos y son indispensables para la vida. En este grupo se encuentran los carbohidratos (celulosa, almidón, glucógeno, etc.), las proteínas y los ácidos nucleicos (Leidenger, 1997, p. 143).
- **Sintéticos:** Son polímeros fabricados por el hombre, obtenidos principalmente del procesamiento químico a partir de los derivados del petróleo. Entre estos se encuentran el polietileno o el nylon, el PVC, etc. (Leidenger, 1997, p. 144).

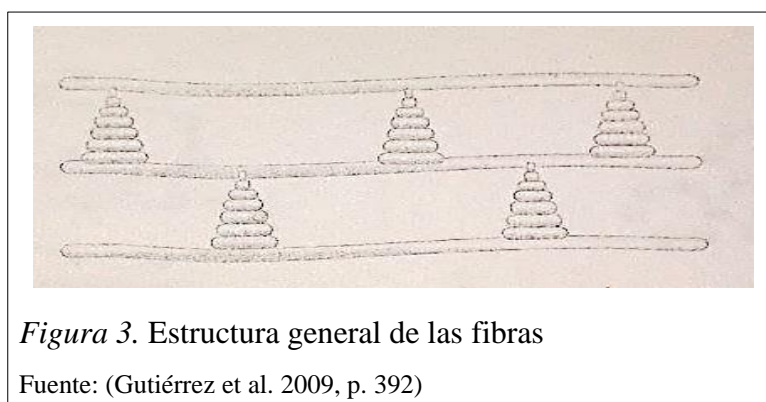
1.1.1.2 Por la estructura de las moléculas y sus usos.

Los polímeros tienen una gran versatilidad debido a su enorme variedad de estructuras moleculares que pueden poseer teniendo los siguientes:

- **Plásticos:** Son aquellos que están formados por polímeros que pueden calentarse y moldearse mientras están relativamente blandos (Cornnish, 1997, p. 8).
- **Elastómeros:** pueden ser de origen natural o sintético, se caracterizan por su alto grado de elasticidad, pues pueden ser deformados hasta 8 veces su longitud original, debido a que las cadenas poliméricas no están unidas entre sí por fuerzas electrostáticas importantes (no hay grupos polares) sino por enlaces más débiles, haciendo que las cadenas no permanezcan alineadas después de ser estiradas sino que regresen a una estructura desordenada como lo indica figura 3 (Lloréns, 1996, p. 173).



- **Fibras:** Son aglomerados de moléculas que forman hilos muy resistentes a la tensión, generalmente constituidos por macromoléculas lineales que se mantienen orientadas longitudinalmente, como se observa en la figura 4. Ejemplo poliésteres, poliamidas (Gutiérrez et al. 2009, p. 392).



1.1.1.3 Por la forma de la cadena polimérica.

La estructura de las cadenas macromoleculares puede ser:

- **Lineales:** Polímeros que forman cadenas sencillas, no presentan ramificaciones como se observa en la figura 5, la polimerización se presenta en un solo sentido (Rodríguez, Castro, & Del real, 2006, p. 34).

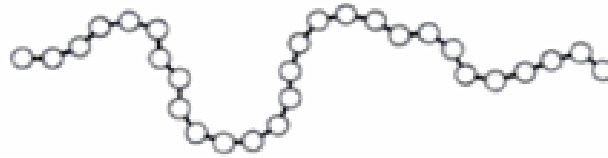


Figura 4. Esquema de un polímero lineal

Fuente: (Groover, 1997, p. 191)

- **Ramificados:** la cadena principal de estos polímeros poseen pequeñas ramificaciones en diferentes posiciones como se observa en la figura 6 (Rodríguez et al, 2006, p. 34).

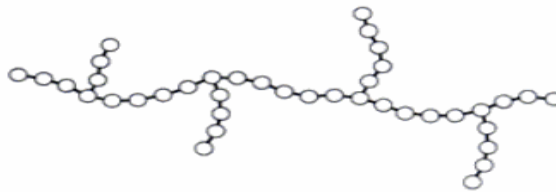


Figura 5. Esquema de un polímero ramificado

Fuente: (Groover, 1997, p. 191)

- **Entrecruzados:** las cadenas lineales de los polímeros se encuentran unidos unos a otros por medio de enlaces químicos obteniendo una estructura tridimensional como se observa en la figura 7 (Rodríguez et al, 2006, p. 34).

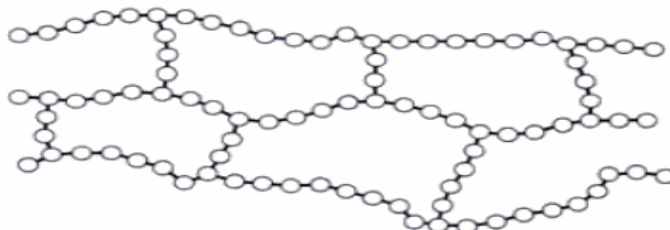
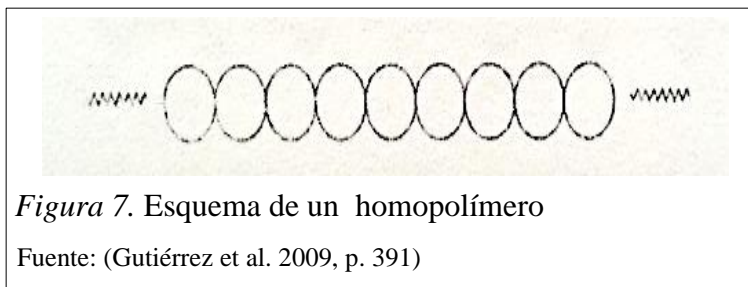


Figura 6. Esquema de un polímero entrecruzado

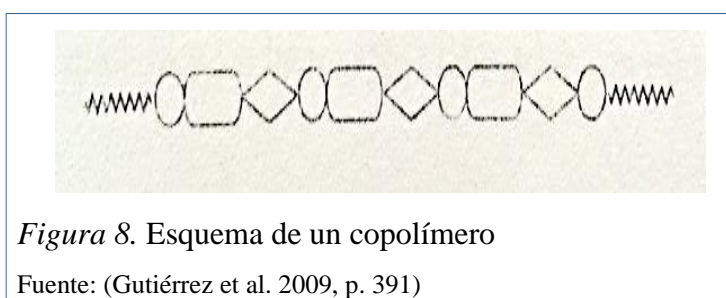
Fuente: (Groover, 1997, p. 191)

1.1.1.4 Por el tipo de monómero.

- **Homopolímeros:** si los monómeros que los constituyen son iguales. Ejemplos polietileno, poliestireno (Gutiérrez et al. 2009, p. 391).










- **Copolímeros:** si las unidades estructurales son distintas (Gutiérrez et al. 2009, p. 391).



1.1.2 Reciclaje.

Para clasificar a los polímeros en muchos estados se exige a los fabricantes incluir un símbolo de reciclaje sobre sus productos el cual se compone de tres flechas que rodean a un número que va desde el uno hasta el siete, cada uno incluye un Código de Identificación Plástico o PIC (por sus siglas en idioma inglés) creado por la Sociedad de Industrias de Plástico (SPI) como se muestra en la tabla 1. Cuanto menor es el número, mayor es la facilidad con la que se puede reciclar.

Tabla 1. *Simbología utilizada para polímeros*

Número	Letra	Polímero	Símbolo
1	PET O PETE	Polietileno de tereftalato	
2	HDPE	Polietileno de alta densidad	
3	V o PVC	Policloruro de vinilo	
4	LDPE	Polietileno de baja densidad	
5	PP	Polipropileno	
6	PS	Poliestireno	
7	Otros	Otros	

Fuente: (Cornish, 1997, p. 18)

El polietileno cuya estructura se muestra en la figura 10, es la materia prima más utilizada y representa cerca de la tercera parte de la cantidad total de material plástico que se puede reutilizar como se observa en la tabla 1. Es un polímero termoplástico que se obtiene a partir de la polimerización del etileno. Existen dos variedades comerciales más conocidas del polietileno que son el polietileno de baja densidad (LDPE) y el polietileno de alta densidad (HDPE).

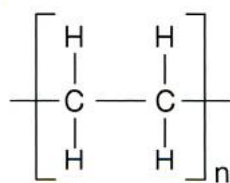
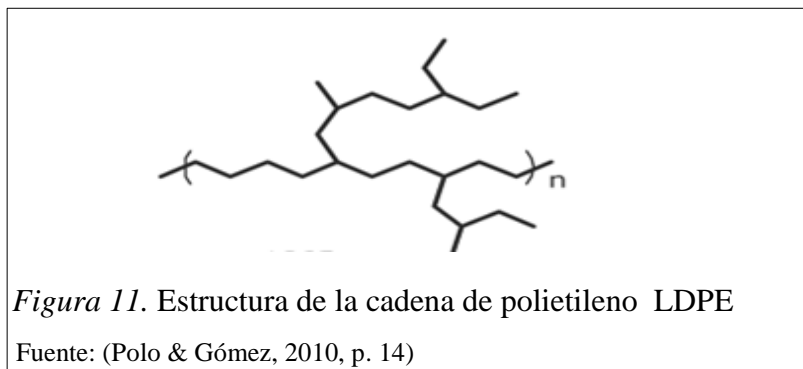


Figura 9. Estructura molecular del polietileno

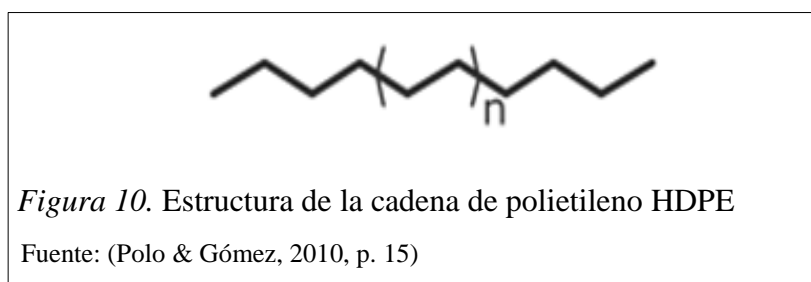
Fuente: (Liberati, 2008, p. 87)

- **Polietileno de baja densidad (LDPE):** posee una estructura basada en cadenas muy ramificadas como se observa en la figura 11 que le da una cristalinidad muy baja y densidad (0,92-0,94 g/cm³). Es un material más o menos flexible, según

el grosor, ligero y buen aislante eléctrico, es de alta claridad con gran resistencia mecánica y química (Liberati, 2008, p. 89). Con el LDPE se pueden realizar varios productos como: bolsas para supermercados, plástico para embalaje de alimentos, forros de pañales desechables, bolsas para suero, etc.



- **Polietileno de alta densidad (HDPE):** posee una mayor cristalinidad debido a su estructura prácticamente lineal como se muestra en la figura 12 su densidad es alta (0,94-0,96 g/cm³) (Liberati, 2008, p. 14) es opaca, de gran resistencia y muy poca elongación. Con el HDPE se pueden realizar varios productos como: envases para detergentes, shampoo, lácteos, bolsas para supermercados, envases para pintura, helados, aceites, etc.



1.1.3 Metodologías utilizadas para la cuantificación de polímeros.

1.1.3.1 Cuantificación de peso.

El peso es la cantidad o porción de materia medida por el valor de su empuje hacia abajo debido a la gravedad, es decir el peso es el resultado de la fuerza gravitatoria. O también definida como la “gravedad resultante de todas las acciones de gravedad sobre las moléculas de un cuerpo en virtud de la cual éste ejerce mayor o menor presión sobre la superficie en que se apoya” (Lovell, 1986, p. 85).

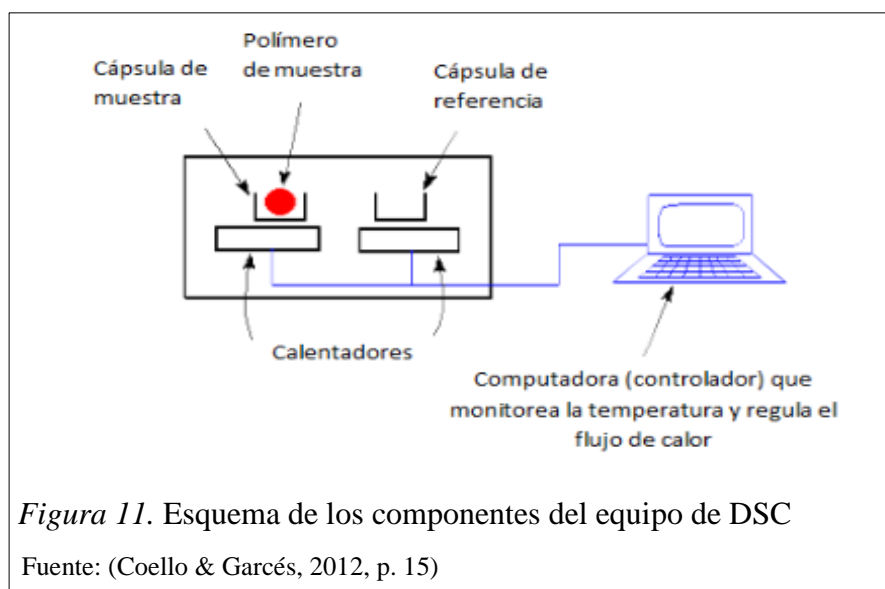
1.1.3.2 Cuantificación de espesor.

El espesor es la distancia perpendicular existente entre las dos caras de una lámina de papel, plástico u otros materiales, bajo condiciones específicas.

El espesor es utilizado para comprobar si un material corresponde a la medida solicitada de fabricación, también es utilizado para comprobar la uniformidad del espesor en diferentes puntos de una lámina y de una lámina a otra de una misma partida (Gualotuña & Pupiales, 2011, p. 27).

1.1.3.3 Calorimetría diferencial de barrido.

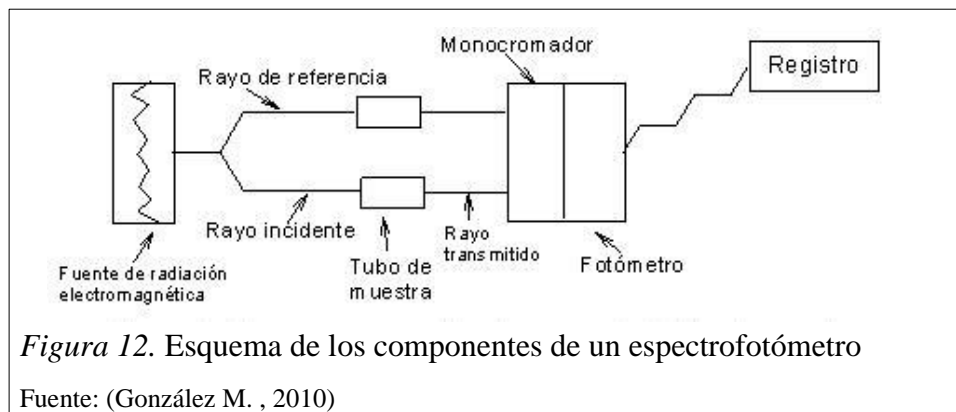
Es una de las técnicas más utilizadas para determinar transiciones de fase en compuestos inorgánicos, polímeros y alimentos; permite determinar la cantidad de calor que absorbe o libera una sustancia, cuando es mantenida a temperatura constante durante un tiempo determinado, o cuando es calentada o enfriada a velocidad constante, en un determinado intervalo de temperaturas (Martínez, Grau, Chiralt, & Fito, 1998, p. 221). Los elementos del equipo para realizar un monitoreo de Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC) se observa en la figura 13.



1.1.3.4 Espectroscopia de infrarrojo.

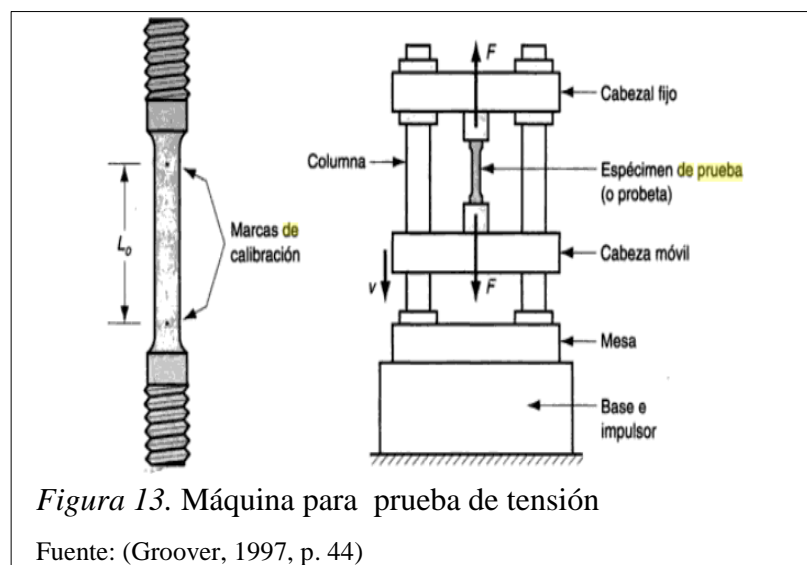
Es una técnica analítica instrumental a través de la cual se puede observar y conocer los principales grupos funcionales y tipos de enlaces de la estructura molecular de un compuesto. Esto se da debido a que los enlaces químicos de las sustancias tienen

frecuencias de vibraciones específicas, correspondientes a los niveles de energía de la molécula, dichas frecuencias dependen de la forma de la superficie de energía potencial de la molécula, la geometría molecular y las masas atómicas (Portela, 2008, p. 72). Para el Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR) se utiliza un espectrofotómetro a través del cual se puede determinar el número de onda a la que los grupos funcionales presentan bandas de absorción, representados por una gráfica de transmitancia frente a longitud de onda.



1.1.3.5 Prueba de tensión.

De acuerdo a la normas de la American Society for Testing and Materials (ASTM) es una prueba utilizada para determinar las propiedades mecánicas de los materiales como resistencia, ductilidad, tenacidad, módulo elástico. En este ensayo se aplica una fuerza que jala el material tendiendo a elongarlo y a reducir su diámetro. El instrumento utilizado para esta prueba es denominado maquina universal de ensayos.



1.2 Plásticos

“Los plásticos son materiales orgánicos que contienen como elemento principal el carbono, combinado con otros ingredientes como el hidrógeno, oxígeno y nitrógeno. Es sólido en su estado final, pero en algunas etapas de su manufactura es suficientemente suave para ser moldeado por muchos sistemas por medio de calor y presión” (Cornnish, 1997, p. 8).

1.2.1 Clasificación de los plásticos.

Los plásticos se clasifican en:

- **Termoplásticos:** son polímeros lineales que pueden estar ramificados o no. Se funden al calentarlos y se solidifican cuando enfrían propiedad que permite moldearlos ya sea por presión o vertido. Como el polietileno, polipropileno, poliésteres o PVC (Barrientos, 2011).
- **Termofijos o termoestables:** sus cadenas moleculares son fuertemente reticuladas; al calentarlos por primera vez adquieren un estado final en el cual se forman entrecruzamientos, lo cual les hace insolubles e incapaces de fundirse; si se agrega calor tienden a descomponerse o quemarse, no se funden. A pesar que no se pueden reciclar son plásticos muy durables y resistentes como por ejemplo resina fenol-fenol, resina úrea-formol (Barrientos, 2011).

1.2.2 Bolsas plásticas.

Las bolsas plásticas actualmente son uno de los productos más utilizados por la población, debido a su practicidad y su fácil adquisición; sin embargo, su larga vida supone un mayor impacto en el medio ambiente. Año tras año gobiernos, industrias, grupos ambientales entre otros, dedican tiempo y dinero a recoger plásticos que no se han reciclado o eliminado de forma responsable y a reparar el daño causado con ello al medio ambiente.

Las bolsas plásticas son elaboradas con polímeros sintéticos y se producen generalmente a partir de recursos no renovables como el gas natural, carbón y el petróleo. Del total del petróleo empleado, el 7% es destinado para la industria

petroquímica: de este porcentaje el 4% se utiliza para la producción de plásticos y el 3% para otros usos (Plastivida, 2007, p. 3,4).

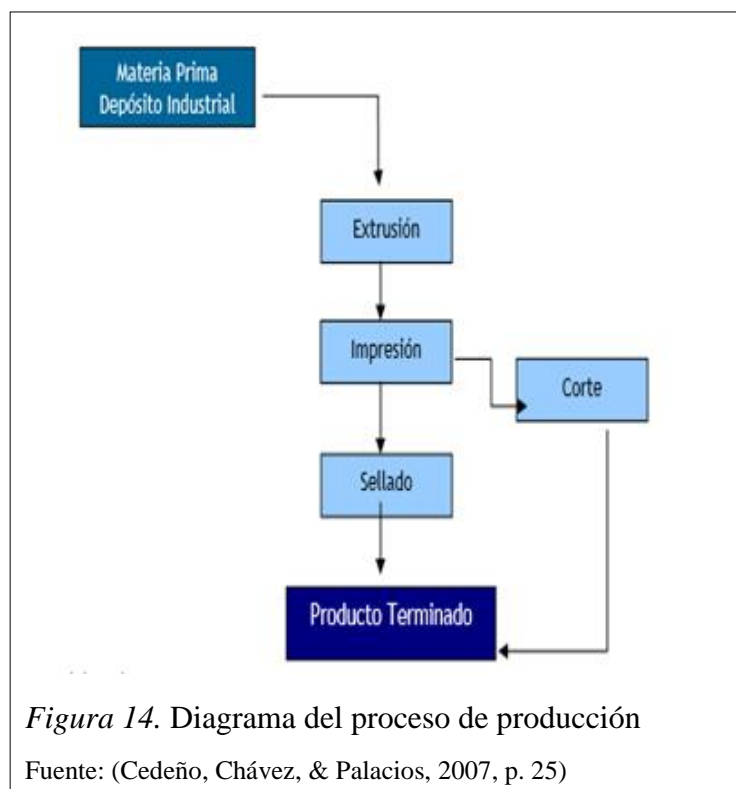
1.2.3.1 Materia prima de las bolsas plásticas.

La principal materia prima que se usa para la elaboración de las bolsas es el polietileno, debido a sus buenas propiedades como: poco peso, flexibilidad, tenacidad, alta resistencia química y propiedades eléctricas sobresalientes. Durante el proceso de obtención se le añaden sustancias de diversa naturaleza y origen que mejoran las cualidades y les confieren propiedades características. Los tipos de aditivos que se usan son:

- **Cargas:** son añadidas con el objetivo de abaratar el producto obtenido mejorar sus propiedades físicas, químicas, o mecánicas.
- **Colorantes:** son tintes o pigmentos añadidos para dar color a los plásticos, o también como protección contra las radiaciones solares.
- **Estabilizadores:** aumentan la fuerza de la resina virgen y reciclada y su resistencia a la degradación.
- **Lubricantes:** sirven para disminuir las fuerzas de fricción y el desgaste cuando dos cuerpos rozan entre sí.
- **Plastificantes:** actúan como lubricantes, aportando flexibilidad, lo que hace que sea más sencillo darles forma (Beltrán & Marcilla, 2012, p. 65-72).

1.2.3.2 Proceso de producción.

El proceso de las bolsas se lleva acabo principalmente por cuatro etapas que son: extrusión, impresión, corte y sellado como se muestra en la figura 6.



- **Extrusión:** proceso en el que se transforma el gránulo de polietileno en una película plástica. La materia prima se coloca en una tolva, pasando a través de un tornillo sinfín en el interior del túnel, adquiriendo la forma transversal del orificio; se plastifica con la ayuda de temperaturas. La película final puede ser tubo o en lámina, de alta o baja densidad, natural o pigmentada (Cedeño, Chávez, & Palacios, 2007, p. 25).
- **Impresión:** consiste en plasmar una imagen en una base mediante un fotopolímero, para lo cual se realiza el montaje de los fotopolímeros en rodillos, luego son colocados en la impresora, la tinta es transportada a través de los rodillos hacia el fotopolímero y este transmite al sustrato, obteniéndose así la impresión (Cedeño et al, 2007, p. 26).
- **Sellado:** consiste en convertir la película obtenida en extrusión en una funda, tubo ó lámina plástica, la película pasa entre unas mordazas al ser arrastrada por un rodillo, mismas que mediante una temperatura preestablecida funde las dos caras de la película sellándola para obtener una funda (Cedeño et al, 2007, p. 27).

- **Corte:** proceso en el que se obtienen los rollos impresos como producto final (Cedeño et al, 2007, p. 27).

1.3 Biodegradabilidad

1.3.1 Degradación.

Proceso irreversible que ocasiona cambios significativos en su apariencia de un polímero, tanto en sus propiedades mecánicas, físicas y en su estructura química, los cuales pueden ser medidos por medio de ensayos normalizados. La degradación está afectada por las condiciones medio ambientales y tiene lugar en el tiempo comprendiendo una o más etapas.

Modificación de los polímeros que puede afectar a la cadena principal o a los grupos laterales, está dado por envejecimiento que son procesos que dan lugar al deterioro de los materiales plásticos durante su utilización pudiendo tratarse de un envejecimiento físico térmico o climático.

Los polímeros al tener una composición compleja, los mecanismos de su degradación suelen ser diversos y no se conocen en su totalidad. Algunas causas más frecuentes son: la ruptura de los enlaces covalentes, la eliminación de cadenas monoméricas de los extremos de las cadenas (despolimerización), existencia de enlaces débiles producidos durante el proceso de polimerización, etc. En general la degradación de los polímeros se produce por reacciones químicas, tensiones mecánicas, energía térmica, radiaciones incidentes o combinaciones de éstas (Pancorbo, 2011, p. 435).

1.3.2.1 Tipos de degradación.

- Degradación térmica:** es el resultado de la acción del calor que va acompañada de cambios químicos y físicos en el polímero, mismos que dependerán de la composición química y estructura del material polimérico. (Raichev, Veleva, & Valdez, 2009, p. 177).
- Degradación fotoquímica o fotodegradación:** es un proceso irreversible que causa cambio en las propiedades de los materiales como resultado de la

exposición a la luz solar específicamente a la radiación ultravioleta, produciéndose la formación de cadenas moleculares más simples. Como efectos finales aparecen decoloraciones, oscurecimientos, amarilleos, oxidaciones, fragilidad del polímero, disminución de las propiedades físicas y mecánicas, etc. (Raichev et al. 2009, p. 179)

c) Degradación mecánica: es el resultado de la aplicación de cargas mecánicas que sobrepasan el límite de resistencia del polímero, dándose una destrucción que está acompañada por el deslizamiento de dos macromoléculas una respecto a otra con rompimiento de la macromolécula. Esta destrucción mecánica es acelerada con la presencia del oxígeno del aire, ya que las partes desintegradas de las macromoléculas reaccionarán con mayor facilidad con el oxígeno, llevando al material a una degradación mayor (Raichev et al. 2009, p. 179).

d) Degradación biológica o biodegradación: es el trabajo ejercido por diversos insectos y microorganismos que dañan la apariencia externa del material polimérico y sus propiedades mecánicas y dieléctricas. El desarrollo de este tipo de degradación requiere una temperatura ambiente adecuada, presencia de oxígeno y alto grado de humedad. La resistencia de los materiales poliméricos a la acción de microorganismos pueden depender de la composición química y los aditivos del polímero, sin embargo aquellos polímeros naturales se convierten en un medio nutritivo para los microorganismos y presentan baja resistencia a la biodegradación, comparada con los polímeros sintéticos (Raichev et al. 2009, p. 181).

e) Degradación oxidativa: está dada por la acción del oxígeno (O₂) y el ozono (O₃). El proceso de degradación empieza con la incorporación del oxígeno en la estructura de la cadena de la macromolécula polimérica, formándose diferentes grupos funcionales, como los hidroxilos, carboxilos, peróxidos, que se desintegrarán en radicales libres facilitando el proceso de oxidación y destrucción del polímero. El aumento de la temperatura, concentración de oxígeno y radiación solar ultravioleta son factores que a aceleran dicha formación (Raichev et al. 2009, p. 184).

f) Degradación hidrolítica: se produce cuando entra en contacto el material con un medio acuoso, el agua penetra en la matriz polimérica provocando hinchamiento, ruptura de puentes de hidrógeno intermoleculares, hidratación de las

moléculas y finalmente la hidrólisis de los enlaces inestables. En los grupos funcionales la ruptura por hidrólisis puede ocurrir no solo en los grupos de la cadena principal sino también en los sustituyentes laterales (Aguliar, 2011, p. 21).

1.3.2 Biodegradación.

La biodegradabilidad consiste en que las especies microbianas del ambiente (microorganismos del suelo y el agua), degradaran una porción o totalidad del material polimérico, bajo condiciones ambientales adecuadas como humedad, nutrientes, oxígeno, pH o temperatura, sin producir subproductos tóxicos. Los productos finales de la degradación son el dióxido de carbono y el agua (Kalpakjian & Schmid, 2002, p. 197).

1.3.2.1 Plásticos degradable.

Están constituidos por un material plástico que permita mantener completamente la integridad física durante su manufactura, almacenamiento, envasado, y uso por parte del consumidor. Al final de su vida útil es desechado y comienza a cambiar químicamente por influencia de agentes ambientales, que los transforman en sustancias simples o en componentes menores que posteriormente son asimilados al medio ambiente (Plastivida, 2007, p. 3,4). Dentro de los plásticos degradables se encuentran:

a) Compostables: Son aquellos materiales que sufren una descomposición biológica en el proceso de compostaje (transformación de la materia orgánica para obtener compost, un abono natural) para producir dióxido de carbono, agua, compuestos inorgánicos y biomasa sin dejar residuos tóxicos. El compostaje se realiza normalmente como un proceso de reciclado de la fracción orgánica de los residuos sólidos domésticos (Plastivida, 2007, p. 4).

b) Foto-degradable: Son materiales que se degradan por la acción de los rayos solares ultravioleta (UV) procedente de radiación solar, esta energía es mayor que la energía de unión en los enlaces moleculares C-C y C-H, ocasionando pérdida de la resistencia y fractura de las cadenas moleculares reduciendo su peso molecular y propiedades mecánicas (Plastivida, 2007, p. 4).

c) **Solubles en agua:** este tipo de materiales se solubilizan en presencia de agua, dentro de un rango específico de temperatura para inmediatamente biodegradarse mediante la acción de los microorganismos (Plastivida, 2007, p. 4).

d) **Oxo-biodegradables:** Son materiales que contienen aditivos denominados oxos que presentan sales metálicas (hierro, magnesio, níquel, cobalto) las cuales incitarán la fragmentación del polímero. Estos aditivos pueden colocarse en un porcentaje de 1 a 4% en las formulaciones de plásticos convencionales para facilitar el proceso de oxidación del polímero y romper las cadenas en pequeñas moléculas (Castellón, 2010, p. 8).

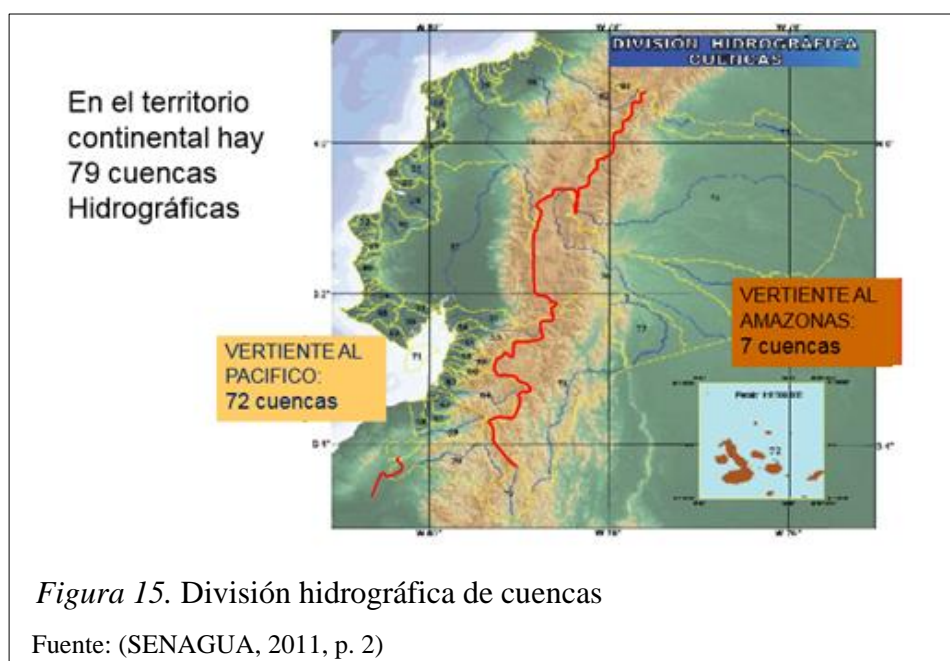
En los materiales OBD existe la combinación de dos formas de degradación: primero aparece la oxidación ó fragmentación, bajo la acción combinada de luz, calor, estrés mecánico y oxígeno y en la segunda forma ocurre la biodegradación caracterizada por la medida del CO₂ emitido o acción de microorganismos (Quiróz et al. 2009, p. 180).

1.4 Agua

El agua es la denominación común que se le aplica al estado líquido de la molécula compuesta de dos átomos de hidrógeno y uno de oxígeno (H₂O), unidos por enlaces covalentes muy fuertes que hacen que la molécula sea muy estable. Tiene una distribución irregular de la densidad electrónica, pues el oxígeno, uno de los elementos más electronegativos, atrae hacia sí los electrones de ambos enlaces covalentes, de manera que alrededor del átomo de oxígeno se concentra la mayor densidad electrónica (carga negativa) y cerca de los hidrógenos la menor (carga positiva) (Carbajal & González, 2012, p. 66).

Ecuador es un país rico en agua, encontrándose en él los principales afluentes del Río Amazonas, razón por la cual posee la más alta concentración de ríos por milla cuadrada en el mundo. Las cuencas hidrográficas están repartidas en dos vertientes que nacen en la Sierra y que se extienden hacia ambos lados de la misma. Hacia el Occidente, la vertiente del Pacífico distribuye 72 cuencas a través de sus principales ríos: Cayapas, Santiago, Esmeraldas, Chone, Guayas, Cañar, Balao, Gala, Tenguel y

Jubones, sumando aproximadamente el 48% del territorio nacional, con una disponibilidad en régimen natural de 9.610 m³ por habitante al año y un potencial de agua subterránea calculada en 10.400 m³ /año. Hacia el Oriente, la vertiente del Amazonas posee siete cuencas que ocupan el 52% del territorio y posee una disponibilidad de agua que llega a los 111.100 m³ por habitante al año distribuida por sus ríos más importantes como son: San Miguel, Aguarico, Napo, Pastaza, Morona y Santiago, entre otros como se muestra en la figura 17 (López & Balarezo, 2008, p. 18).



1.4.1 Parámetros de calidad de agua.

“La calidad del agua es una medida crítica de las propiedades químicas y biológicas de los sistemas acuáticos que dependen del mantenimiento de una calidad de agua específica para poder sostener procesos bioquímicos necesarios para la vida de plantas y animales” (García, Hinojosa, & Cheryl, 2009, p. 13)

Los parámetros principales de la calidad del agua son temperatura, conductividad, pH, oxígeno disuelto, conductividad, existiendo también otros.

1.4.1.1 Oxígeno disuelto

Es la cantidad de oxígeno que está disuelto en el agua y que es esencial para la vida en los cuerpos del agua (ríos, lagunas, embalses). El nivel de oxígeno disuelto (OD) puede ser un indicador de contaminación del agua y está relacionado con la capacidad del cuerpo hídrico de ser soporte para la biota. Gran parte del oxígeno disuelto en el agua proviene del oxígeno en el aire que se ha disuelto en el agua y otra parte proviene de la fotosíntesis de las microalgas y de las plantas acuáticas (Rodríguez, 2007, p. 102)

1.4.1.2 pH.

Es el valor que determina si una sustancia es ácida, neutra o básica, expresando la concentración del número de iones de hidrógeno presentes en el agua. El pH se mide en una escala que va desde 0 a 14; en la escala 7 la sustancia es neutra, los valores por debajo de 7 muestran que una sustancia es ácida y los valores por encima de 7 muestran que es básica (Bashkin & Radojevic, 2006, p. 162).

Los cambios en los valores del pH en el agua son estrechamente relacionados con el proceso de fotosíntesis (debido a la absorción de CO₂ por las plantas) y consecuentemente a la descomposición de la materia orgánica. En la tabla 2 se pueden observar algunos valores típicos de pH en diferentes tipos de agua.

Tabla 2. Rangos típicos de pH en diferentes aguas

Tipo de agua	pH
aguas superficiales no contaminadas	6,5 - 8,5
aguas superficiales contaminadas	3,0 - 12,0
agua lluvia no contaminada	4,6 - 6,1
agua lluvia ácida	2,0 - 4,5
agua de mar	7,9 - 8,3

Fuente: (Bashkin & Radojevic, 2006, p. 163)

1.4.1.3 Conductividad.

Es la capacidad del agua de conducir corriente eléctrica y se relaciona con la concentración de sustancias ionizadas en el agua a mayor cantidad de iones mayor conductividad. La conductividad del agua incrementa con la temperatura debido a

una disminución en la viscosidad y la disociación creciente y también incrementa con un aumento del contenido mineral de la muestra del agua (Villareal, 2000, p. 33).

Tabla 3. *Conductividad en algunos tipos de agua*

Tipo de agua	Conductividad uS/cm
agua destilada fresca	0,5 – 2
agua destilada vieja	2 – 4
agua potable	50 – 1500
aguas residuales	> 10000

Fuente: (Bashkin & Radojevic, 2006, p. 164)

1.4.1.4 Temperatura.

Es un indicador importante de la calidad del agua, influyendo en el desarrollo de la vida acuática, las reacciones químicas, el comportamiento de otros indicadores como el pH, el déficit de oxígeno, la conductividad eléctrica y otras variables fisicoquímicas. La temperatura del agua se ve influida en gran medida por la cantidad de energía solar que es absorbida tanto por el agua, como por el suelo y el aire que la rodea (Bashkin & Radojevic, 2006, p. 160).

1.4.2 Impacto ambiental de las bolsas en el agua.

Si bien es cierto que las bolsas plásticas son reciclables, la falta de educación ambiental en las personas y falta de una buena gestión ambiental de residuos sólidos han hecho que dichas bolsas terminen en lugares inadecuados como parques, calles, ríos, mares, lagos, afectando la estética del lugar y salubridad (Gonzales, Massimi, Medina, & Alinari, 2010, p. 34).

Uno de los destinos más comunes de las bolsas plásticas son los distintos cursos de agua, por eso es frecuente ver, luego de grandes lluvias cuando baja el nivel del agua, bolsas de plástico flotando en ríos, arroyos, etc. El problema no se traduce únicamente en un impacto visual negativo, sino que las bolsas se tornan peligrosas para la vida de distintas especies acuáticas.

Los plásticos son acarreados por las corrientes marinas, llevándoles hacia las costas, muchos de éstos se mezclan en la arena de las playas y nunca pueden ser recuperados. En el agua toma más tiempo descomponer una bolsa de plástico,

debido a que las aguas frías del océano enfrían el plástico evitando su calentamiento y limitan su exposición a los rayos UV. Las frecuentes y severas tormentas causan la pérdida de cientos de contenedores de las embarcaciones al mar, contribuyendo la presencia de plásticos en el agua. Únicamente el 20% de los contaminantes del océano provienen de las actividades en el mar, el 80% restante es contribuido por las actividades en tierra.

Los diferentes impactos ambientales que las bolsas de plástico pueden producir en el agua son:

- **Riesgo para la vida de especies animales:** la contaminación de los plásticos afecta a varios animales (como tortugas o polluelos) que habitan en las aguas oceánicas, muchas veces los animales no pueden distinguir entre el plástico y la comida. Debido a que el plástico tiene su alto peso molecular y por la naturaleza de sus enlaces químicos, no es digerible, provocando que los animales se sientan llenos y sin hambre, aunque no estén consumiendo alimentos.
- **Contaminación visual:** el bajo peso de las bolsas plásticas hace que sean arrastradas por el viento a través de grandes distancias facilitando así su esparcimiento. La insuficiente infraestructura de contenedores con que se cuentan en las zonas urbanas, acompañada de las malas prácticas asociadas a su uso, hace que las mismas abundan en calles y parques, contaminando no sólo ciudades sino también playas y zonas rurales. Su presencia altera negativamente el paisaje tanto urbano como rural.
- **Mal funcionamiento de los sistemas de alcantarillado:** la mala disposición final de las bolsas plásticas es que eventualmente acaban en el sistema de alcantarillado, ocasionando un mal funcionamiento del mismo como son obstrucciones en tuberías, bocas de tormenta y desagües, lo cual genera no sólo un alto costo de mantenimiento, sino también la inundación de algunas calles cuando llueve, provocando problemas en el tránsito e incomodidad a los transeúnte (Gonzáles et al. 2009, p. 35).

CAPÍTULO 2

METODOLOGÍA

2.1 Selección de las bolsas biodegradables

2.1.1 Investigación bibliográfica.

Para seleccionar las bolsas que fueron sometidas al proceso de degradación se realizó el levantamiento de información de la población de todas las provincias del Ecuador, con datos obtenidos del Instituto Nacional de Estadística y Censos (INEC) de los cuales se escogió la provincia con mayor número de habitantes por región.

Seleccionada la provincia se realizó la investigación de las diferentes cadenas comerciales existentes en la localidad con la ayuda de diferentes páginas web y entidades públicas como el Servicios de Rentas Internas del Ecuador (SRI).

Una vez identificados estos sectores se recolectó bolsas pertenecientes a dichas cadenas y a través de la observación de la etiqueta se identificó si las bolsas son oxo-biodegradables o no.

2.1.2 Muestreo de bolsas oxo-biodegradables.

Seguido de la investigación inicial se determinó cuatro tipos de bolsas oxo-biodegradables más utilizadas para el expendio de productos en cada una de las provincias seleccionadas, mismas que pertenecen diferentes fabricantes, cuidando que no se repitan el mismo.

2.2 Estudio de la biodegradabilidad

2.2.1 Establecimiento de condiciones ambientales.

Se realizó la investigación de condiciones ambientales de temperatura de la Costa, Sierra y Oriente ecuatoriano reportada por el Instituto Nacional de Meteorología e Hidrología (INAMHI). Los datos de temperatura del año 2012 correspondientes a las estaciones meteorológicas ubicadas en cada una de las ciudades de las diferentes regiones, se sometieron al análisis estadístico obteniendo la temperatura promedio anual, las cuales fueron comparadas para encontrar una temperatura media que represente a toda la región. Esta temperatura promedio fue utilizada para controlar el proceso de degradación en el biorreactor.

Para el control de la temperatura que fue simulada en el agua durante la experimentación se elaboró cartas de control para cada región considerando las datos de promedios semanales, determinando los límites máximos y mínimos de control que consideraron una y dos desviaciones estándar.

2.2.2 Diseño y construcción del biorreactor.

El diseño del biorreactor se estableció teniendo en cuenta que el medio en donde se sembraron las bolsas simuló el agua dulce y salada de las regiones. Como parte inicial se necesitó un recipiente que permita visualizar la experimentación, es decir los cambios que se generen o no, en la etapa en el biorreactor de las bolsas oxo-biodegradables. Para la implementación de las condiciones ambientales se necesitaron materiales que logren adecuar y controlar dichos parámetros, además de ser resistentes a la corrosión, temperatura, exceso de humedad y otros cambios que puedan darse por la experimentación misma.

El tamaño del biorreactor dependió de la cantidad de muestras a degradar, el tamaño de los materiales que se utilizaron y la disponibilidad de agua que se necesitó. En su interior constó de tres separaciones para la colocación del agua dulce y salada de cada región, cada una con un sistema de drenaje e instalaciones eléctricas independientes necesarias para adecuar y controlar las condiciones ambientales.

Para la simulación de las condiciones ambientales se controló la temperatura para lo cual se colocó resistencias propias para agua, de igual manera el biorreactor contó con una tapa hermética de material de policarbonato que permitió mantener las condiciones ambientales sin tener contacto con el exterior. Para la aireación del agua se utilizó una bomba para airear peceras que proporcionó flujos de aire continuos.

2.2.3 Siembra de muestras oxo-biodegradables.

Las muestras seleccionadas fueron etiquetadas y sometidas al proceso de secado con una exposición directa al sol, durante dos meses como establece la norma ASTM D 6954-04 “Exposición y prueba de plásticos que se degradan en el medio ambiente por una combinación de oxidación y biodegradación” (Ver anexo 1). Después de este tiempo las muestras fueron recortadas en tamaño de 12 x 12 cm, dimensiones

establecidas debido a la necesidad de tamaño requerido para las diferentes pruebas de laboratorio.

Posteriormente las muestras fueron colocadas dentro de pequeñas mallas de plástico para evitar que floten. Se colocó agua salada en el espacio destinado para la región Costa y el agua dulce para los dos espacios restantes que corresponden a la región Sierra y Oriente. Finalmente en cada región del biorreactor se colocaron 12 muestras de cada tipo de bolsa para cada mes, lo que da un total de 36 muestras por región, la prueba se programó para tres meses y cada mes se retiró 3 muestras de cada tipo de bolsa para las pruebas de laboratorio respectivos. El seguimiento de la degradación se realizó de forma mensual.

2.2.4 Cuantificación experimental.

La cuantificación de la degradación de las bolsas se realizó a través de pruebas físicas: peso y espesor, pruebas de calorimetría diferencial de barrido, espectroscopia de infrarrojo y pruebas mecánicas de tensión.

2.2.4.1 Cuantificación de peso.

Las muestras fueron pesadas en una balanza analítica Mettler Toledo en el laboratorio de Química de la Universidad Politécnica Salesiana campus Sur.

2.2.4.2 Cuantificación de espesor.

La prueba de espesor se la realizó en el Centro de Investigación y Valoración de la Biodiversidad (CIVABI) con un micrómetro Testing Machines Inc, modelo 549 de la siguiente forma:

Se procedió a encerar la aguja del micrómetro, para realizar la lectura se levantó el plato compresor a una distancia de 0,075 mm a 0,100 mm aproximadamente, se colocó la muestra en el plato inferior y se soltó el plato superior para obtener la medida, se colocó el plato compresor sobre la muestra para una nueva medición. Se realizaron 10 medidas a través de toda la muestra analizada, el promedio de estos valores fue el espesor de la película de plástico. Los datos se registraron en (mm) con tres cifras decimales.

2.2.4.3 Prueba de tensión.

Los ensayos de tracción se realizaron de acuerdo a como lo establece la norma ASTM 882 “Método estándar de prueba para propiedades tensiles de láminas plásticas delgadas” (Ver anexo 2) en el Centro de Investigaciones Aplicadas a Polímeros (CIAP) de la Escuela Politécnica Nacional. Para realizar la prueba se prepararon muestras de tamaño de 1cm de ancho x 10cm de alto.

Para la realización de esta prueba inicialmente se imprimió con un punzón dos marcas pequeñas a lo largo de las muestras, estas marcas son colocadas lejos de los extremos de la muestra. A la longitud inicial se la identificó como (L_0) y al área inicial como (A_0), durante la prueba las muestras se estiraron, luego formaron una estricción o cuello y finalmente se fracturaron. La carga y el cambio de longitud del espécimen fueron registrados conforme avanza el ensayo, ambos datos se utilizaron para determinar la curva de relación esfuerzo-deformación.

2.2.4.4 Calorimetría diferencial de barrido.

Las propiedades térmicas se analizaron mediante la norma ASTM D 3418 “Métodos estándar de prueba para temperatura de transición de polímeros por calorimetría diferencial de barrido” (Ver anexo 3). La prueba se realizó en el Centro de Investigaciones Aplicadas a Polímeros (CIAP) de la Escuela Politécnica Nacional, para lo cual se utilizó el equipo de calorimetría Perkin Elmer 50 que contó con dos calentadores individuales y un controlador mediante el cual se puede regular el flujo de calor y monitorear la temperatura.

Para la prueba se colocaron dos cápsulas que deben estar cerradas herméticamente para que no se produzcan cambios de humedad en los calentadores, en la una se colocó la muestra y la otra se dejó vacía utilizada como referencia. Al calentar las cápsulas el programa de la computadora permitió que el ensayo se haga a la misma velocidad de calentamiento, por medio de la cápsula de referencia se pudo observar la energía adicional que se necesitó para calentar la cápsula con la muestra; la energía se midió utilizando un DSC y fue reflejada a través de un gráfico de flujo de calor frente a temperatura conocido como termograma, donde el área bajo la curva representa la entalpía.

2.2.4.5 Prueba de espectroscopia de infrarrojo.

La prueba se realizó en el Centro de Investigación y Valoración de la Biodiversidad (CIVABI) de la Universidad Politécnica Salesiana campus Girón, para lo cual se utilizó un equipo de infrarrojo de espectro BX el cual opera con las siguientes condiciones: una altitud de hasta 2000 msnm, temperatura ambiente de 5°C a 40°C, una humedad relativa ambiente máxima de 80% para temperaturas de hasta 31°C, disminuyendo linealmente hasta 50% de humedad relativa a 40°C.

Para esta prueba se prepararon muestras de tamaño 4x4 cm las cuales fueron colocadas en un porta muestras dentro del equipo, se cerró la tapa y el computador inició la prueba, previo al análisis de muestras se realizó la calibración del equipo utilizando patrones de referencia. La prueba se basa en la transmisión de un rayo monocromador de luz infrarroja que está a una longitud de onda de 4000-400 cm⁻¹ que atraviesa a la muestra registrando la cantidad de energía absorbida. La respuesta del equipo al procesador es un gráfico de longitud de onda frente a transmitancia. Se examinó el gráfico de la muestra para conocer qué tipo de enlaces y que grupos funcionales presentó.

2.2.4.6 Parámetros de calidad de agua.

Las muestras de agua fueron tomadas manualmente a una profundidad entre 5 a 12 cm de la superficie. La recolección se llevó a cabo en envases de plástico (PET) de 20 L, previamente realizando tres enjuagues, almacenadas a temperatura de 4° C hasta el momento del análisis. Los puntos de muestreo in situ del agua se observa en la tabla 4 y figura 18, figura 19 y figura 20.

Tabla 4. *Puntos de muestreo del agua dulce y salada*

Fecha	Punto GPS (coordenadas geográficas)		Nombre
	longitud	latitud	
17/09/2013	78°32'37,66" W	0°30'15,87" S	Río San Pedro - Machachi
18/09/2013	79°51'23.27" W	0°52'13.13" N	Playa de Atacames - Esmeraldas
20/09/2013	77° 38' 53.70" W	0° 9' 7.45" S	Río Malo - El chasco

Elaborado por: Nelly Escobar

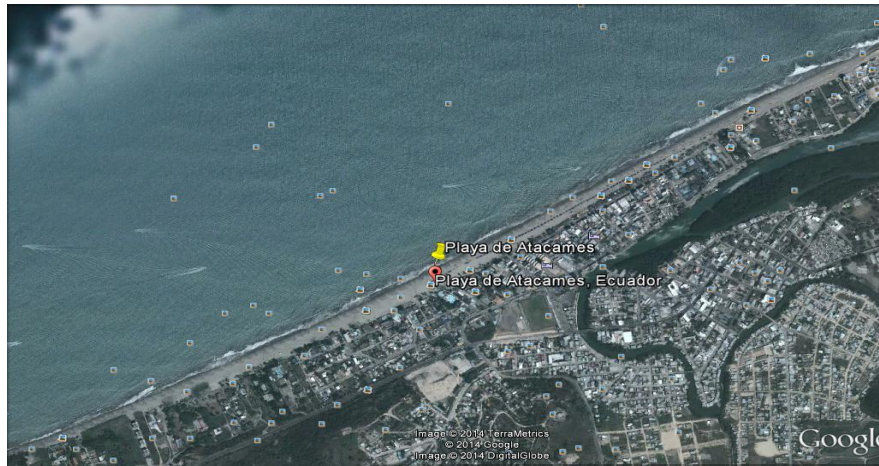


Figura 16. Playa de Atacames

Fuente: Google earth, 2013

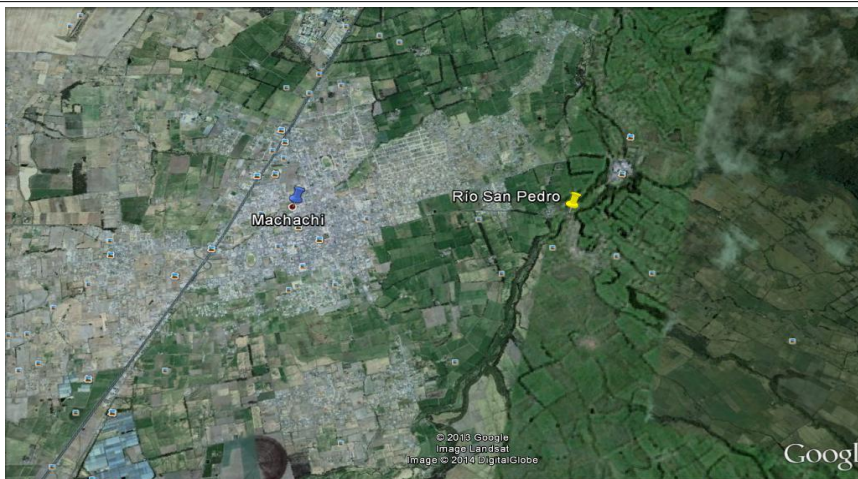


Figura 17. Rio San Pedro-Machachi

Fuente: Google earth, 2013



Figura 18. Rio Malo

Fuente: Google earth, 2013

Para el control del medio en el que se encontraban las bolsas oxo-biodegradables se realizaron mediciones de los siguientes parámetros: conductividad, pH, oxígeno disuelto, que se registraron a través de cartas de control considerando los promedios semanales de los parámetros mencionados, determinando los límites máximos y mínimos de control.

- ***Oxígeno disuelto:*** Para el análisis in situ y en laboratorio de las aguas muestreadas se utilizó un medidor de oxígeno disuelto marca Metter Toledo SGG-FK2 realizando el siguiente procedimiento:

- Se calibró el equipo de oxígeno disuelto antes de realizar la prueba
- Se introdujo el electrodo en la muestra de agua, agitando suavemente para garantizar homogeneidad
- Se presionó el botón de medida, esperando que el valor se estabilice
- Se obtuvo el resultado en la pantalla del equipo
- Los resultados fueron registrados en unidades de ppm de O₂

- ***pH:*** La prueba se realizó como lo establece Standard Methods for the Examination of Water método 4500-H⁺. Para la determinación del pH in situ y en el laboratorio de las aguas muestreadas se utilizó un pH-metro digital marca Mettler Toledo SG2-FK realizando el siguiente procedimiento:

- Se calibró previamente el pH-metro
- Se introdujo el electrodo en la muestra de agua, se agitó suavemente para garantizar su homogeneidad y facilitar el equilibrio entre electrodo y muestra
- Se presionó el botón de medida, esperando que el valor se estabilice
- Se obtuvo el resultado directamente en la pantalla del equipo.

- ***Conductividad:*** La prueba se realizó como establece la norma Standard Methods for the Examination of Water método 2510. Para la determinación de la conductividad in situ y en el laboratorio de las aguas muestreadas se utilizó un

conductivímetro de marca Mettler Toledo Seven Multy realizando el siguiente procedimiento:

- Se calibró previamente el equipo de conductividad
 - Se introdujo el electrodo en la muestra de agua, se agitó suavemente para garantizar su homogeneidad
 - Se presionó el botón de medida, esperando que el valor se estabilice.
 - Se obtuvo el resultado directamente en la pantalla del equipo
 - Los resultados fueron registrados en unidades de (uS/cm).
-
- ***Temperatura:*** Los análisis in situ se realizó con un termómetro digital que incluye el pH-metro.

Para la lectura de la temperatura en el biorreactor se utilizó el sensor proveniente del controlador el cual al ser colocado directamente sobre agua registraba los datos a diario durante los tres meses de experimentación.

CAPÍTULO 3

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1 Selección de las bolsas biodegradables

3.1.1 Investigación bibliográfica.

El levantamiento de la población de las provincias del Ecuador, que fueron seleccionadas dentro del estudio se observa en la tabla 5, eligiendo las de mayor número de pobladores.

Tabla 5. *Población del Ecuador*

Región	Provincia	Capital	Población
Costa	Esmeraldas	Esmeraldas	534092
	Manabí	Portoviejo	1369780
	Guayas	Guayaquil	3645483
	Santa Elena	Santa Elena	308693
	Los Ríos	Babahoyo	778115
	El Oro	Machala	600659
Sierra	Carchi	Tulcán	164524
	Imbabura	Ibarra	398244
	Pichincha	Quito	2576287
	Santo Domingo	Santo Domingo	368013
	Cotopaxi	Latacunga	409205
	Tungurahua	Ambato	504583
	Bolívar	Guaranda	183641
	Chimborazo	Riobamba	458581
	Cañar	Azogues	225184
	Azuay	Cuenca	712127
	Loja	Loja	448966
	Sucumbíos	Nueva Loja	176472
Oriente	Orellana	Francisco de Orellana	136396
	Napo	Tena	103697
	Pastaza	Puyo	83933
	Morona Santiago	Macas	147940
	Zamora Chinchipe	Zamora	91376

Nota: En la Costa fue la provincia del Guayas capital Guayaquil con una población de 3645483 habitantes, en la Sierra la provincia de Pichincha capital Quito con una población de 2576287 habitantes y en el Oriente la provincia de Sucumbíos capital Nueva Loja con una población de 176472 habitantes.

Fuente: Instituto Nacional de Estadística y Censos, 2012.

A través de los diferentes centros comerciales existentes en cada provincia seleccionada, se identificó las cadenas comerciales que predominan en el lugar.

Tabla 6. *Centros comerciales por región*

Costa (Guayas)	Sierra (Pichincha)	Oriente (Sucumbíos)
Policentro	Quicentro Sur	Tía
Plaza Mayor	Recreo	Sana sana
Mall del Sol	C.C Atahualpa	Farmacias cruz azul
Rio centro Los Ceibos	El Espiral	Tventas
Bahía Mall	El Caracol	La Ganga
San Marino Shopping	Multicentro	Comercial Herrera
Rio centro Sur	Quicentro shopping	Comercial mariscos del mar
Mall del Sur	El Bosque	
La Piazza Ceibos	Centro comercial Iñaquito	
Rio centro Norte	Mall el Jardín	
City Mall		
Mall el Fortín		

Nota: En la región del oriente se trabajó directamente con las cadenas comerciales más importantes de la provincia, debido a la no existencia de centros comerciales.

Elaborado por: Nelly Escobar

Las diferentes cadenas comerciales identificadas utilizan para el expendio de sus productos diferentes tipos de bolsas predominando en la Sierra y Costa el uso de bolsas normales, mientras que en el Oriente la mayor cantidad de bolsas usadas corresponden a oxo-biodegradables como se observa en la tabla 7.

Tabla 7. *Porcentaje de uso de bolsas oxo-biodegradables y normales por región*

Regiones	Bolsas Oxo-biodegradables %	Bolsas normales %
Costa	36,34	63,66
Sierra	27,27	72,38
Oriente	71,43	28,57

Elaborado por: Nelly Escobar

3.1.2 Muestreo de bolsas oxo-biodegradables.

El levantamiento de las cadenas comerciales permitió seleccionar las cuatro muestras sujeta a estudio, cuidando que las mismas no sean elaboradas por el mismo fabricante, que se las etiquetó con los siguientes códigos:

- a) M1
- b) M2
- c) M3
- d) M4

Dentro de los resultados no se reportó los nombres de los diferentes tipos de bolsas seleccionadas por tratarse de marcas comerciales cuya información es susceptible, no constituyendo una investigación para dichas marcas.

3.2 Estudio de la biodegradabilidad

3.2.1 Establecimiento de condiciones ambientales.

La temperatura anual promedio para el año 2012 según lo reportado por el INAMHI (Ver anexo 4) como se observa en la tabla 8, sirvieron como referencia para realizar la simulación de condiciones ambientales en cada una de las regiones.

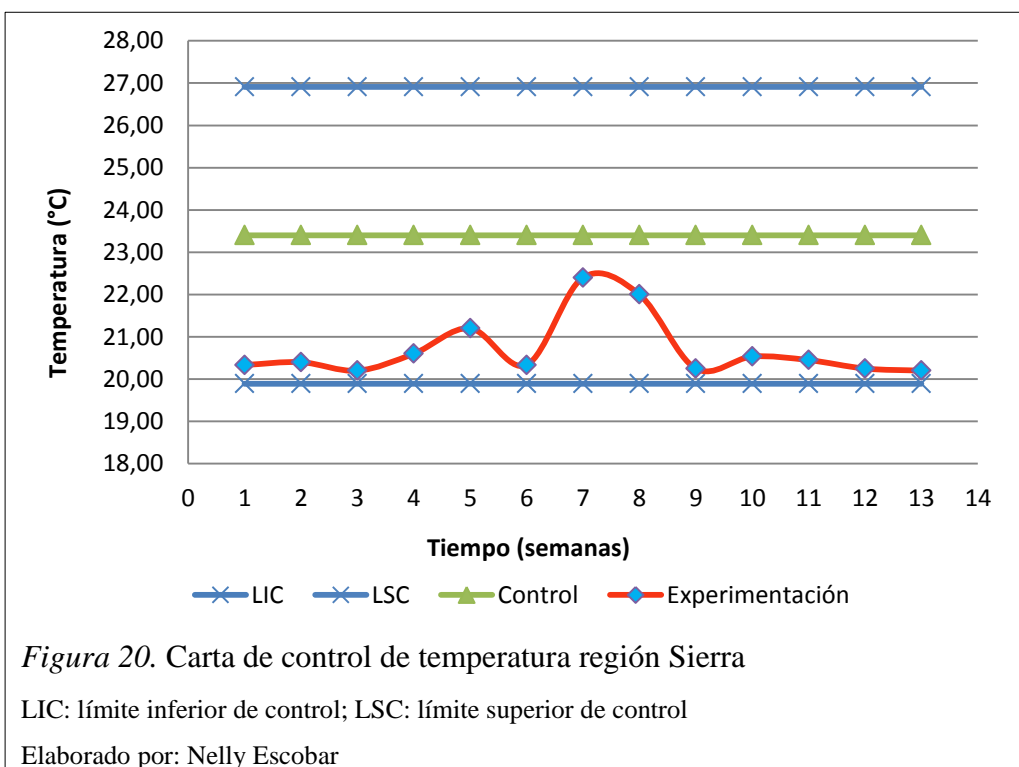
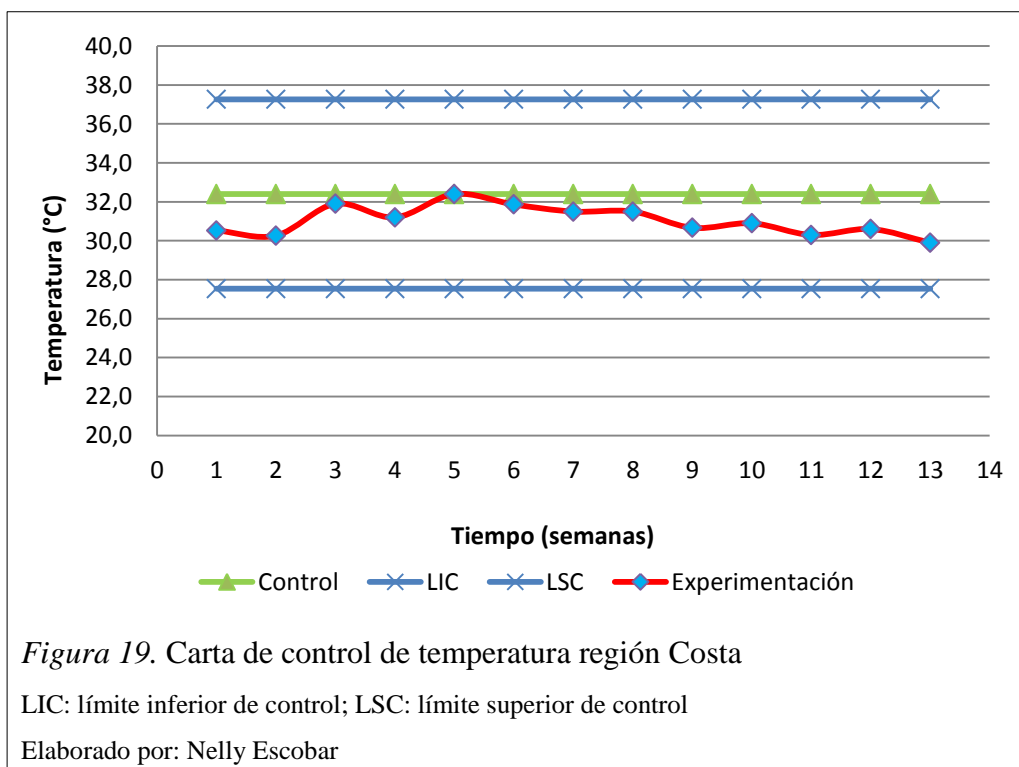
Tabla 8. *Temperatura establecida para la experimentación*

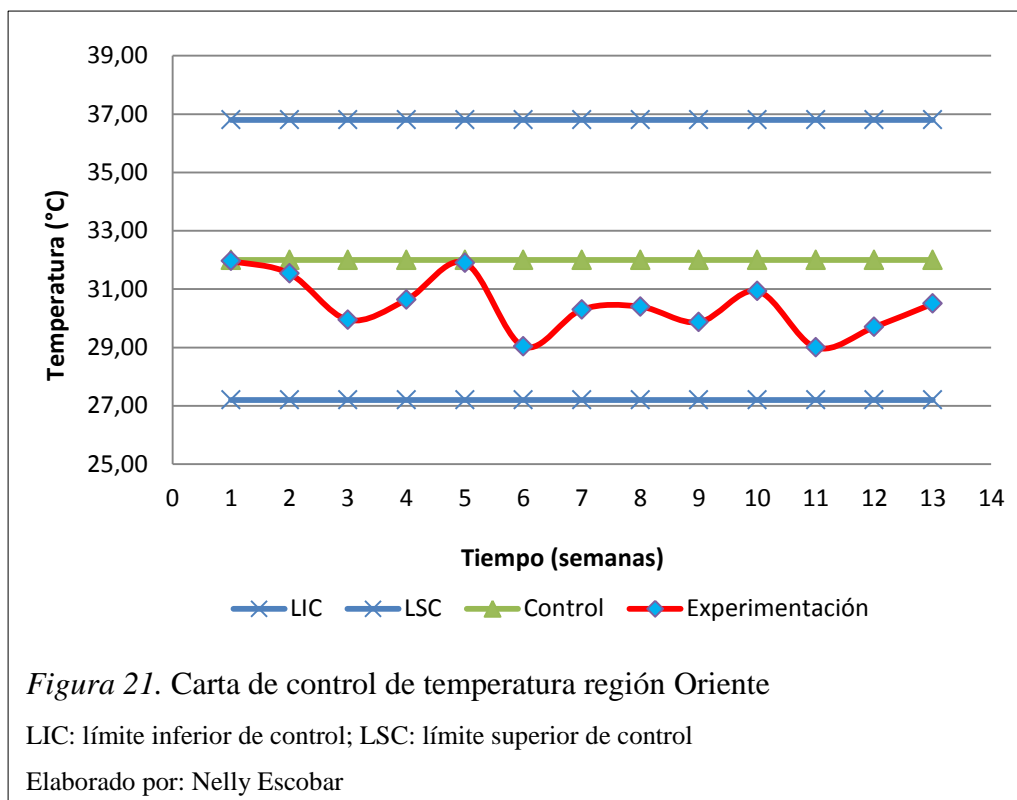
Región	Temperatura (°C)	
	Máxima	Mínima
Costa	32,4	19,9
Sierra	23,4	5,9
Oriente	32,0	17,6

Elaborado por: Nelly Escobar

La necesidad de controlar la temperatura simulada en el agua permitió construir cartas de control, tomando en cuenta la temperatura establecida para la experimentación como dato puntual de control y los valores de temperatura de laboratorio registrados durante toda la experimentación. Las cartas de control reflejaron que la temperatura del biorreactor durante la experimentación estuvo dentro de los límites de control establecidos, obteniendo en la Costa un valor máximo de 32,4 °C y mínimo de 29,9 °C como se observa en la figura 21, en la

Sierra un valor máximo de 22,4 °C y mínimo de 20,2 °C como se observa en la figura 22 y en el Oriente un valor máximos de 32 °C y valor mínimo de 29 °C como se observa en la figura 23.





3.2.2 Diseño y construcción del biorreactor.

Se realizó el diseño del biorreactor en el programa de Autocad como se observa en la figura 24. La forma del biorreactor fue rectangular con dimensiones: 1.40 m de largo, 0.60 m de ancho y 0.30 m de alto, medidas fueron establecidas de acuerdo al tamaño y número de las muestras sembradas, dimensiones de las resistencias utilizadas y a la cantidad de agua dispuesta. En su interior constó de tres separaciones para la colocación del agua dulce y salada de cada región, en cada uno de los espacios se colocaron tuberías para la salida del agua y resistencias para el calentamiento de la misma. Para la aireación del agua se utilizó una bomba de aireación para peceras, la cual proporcionó flujos de aire continuos.

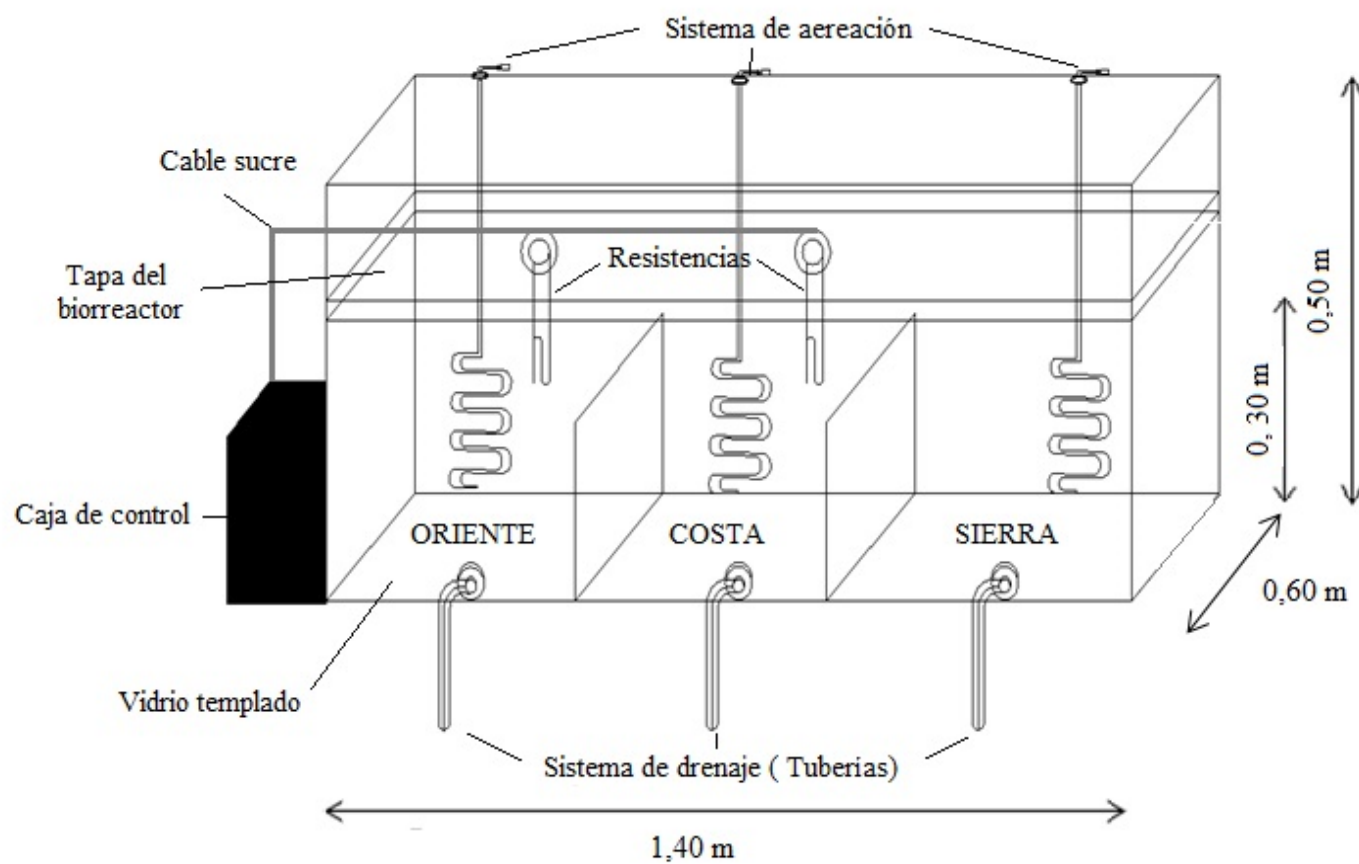


Figura 22. Diseño del biorreactor

Elaborado por: Nelly Escobar

Para la construcción de los biorreactores e instalación de la caja de control se necesitaron los siguientes materiales:

- 1 cubeta de vidrio templado
- Tubería 1/2" Plastigama gris
- Codos de 1/2"
- Llaves
- Teflon
- contactores de 50 A
- 1 bovina 110 V -16 A
- 1 relay y su base 110 V – 16 A
- 1 breaker 20 A – 2 polos
- 1 switchon-off
- 1 controlador temperatura Full Gauge
- 1 caja metálica 20x20
- 5 metros de cable sucre 3x12
- 1 enchufe polarizado 110 V
- 20 terminales en Y, ojo hembras amarillas (terminal abierto amarillo)
- 2 resistencias P/ calen 1500W 110V

Se instaló el controlador a la caja de control que está conectado al tomacorriente principal, esta instalación a través del cable sucre está conectada a 2 resistencias que se unen en la parte superior a los terminales de manera que una vez encendido el breaker el controlador comienza el funcionamiento y las resistencias empiezan a calentar.

Dentro del diseño se consideró utilizar un material que permita la visualización de los parámetros de corrida, seleccionando vidrio templado como se observa en la figura 25, se escogió este material debido a que es un material de seguridad recomendado para trabajar en áreas susceptibles de impacto humano, además de ser resistente al choque térmico pudiendo soportar altas temperaturas, como sugiere (Guerrero, 2012).



Figura 23. Vidrio templado del biorreactor

Imagen: Nelly Escobar

La tapa del biorreactor debía ser construida con un material resistente a la humedad debido a la condensación del agua, el material que se utilizó fue de policarbonato como se observa en la figura 26, debido a que tiene excelentes propiedades como: alta durabilidad, es un aislante eléctrico y resistente a la humedad, buen aislante del calor en relación a otros materiales ayudando a mantener las condiciones de temperatura adecuadas, es ligero por lo cual su manipulación es muy fácil, en la experimentación se necesitó realizar mediciones durante los tres meses de las condiciones del agua, así como retirar mes a mes las bolsas sembradas por lo tanto fue necesario alzar la tapa continuamente.



Figura 24. Tapa de policarbonato del biorreactor

Imagen: Nelly Escobar

La resistencia utilizada propia para agua fue de marca P/ calen 500W 110V de material de cobre como se observa en la figura 27, ya que su conductividad térmica es la mejor de todos los metales utilizados en instalaciones eléctricas junto con su resistencia a la corrosión y capacidad de soportar altas temperaturas.



Figura 25. Resistencias para agua

Imagen: Nelly Escobar

Para la automatización del biorreactor se realizó un diseño de una caja de control en la cual se colocó un controlador de marca Full Gauge como se observa en la figura 28, que permitió mantener las temperaturas requeridas para la experimentación durante todo el tiempo de estudio a través de una programación en el mismo, dando mayor seguridad y facilidad de trabajo evitando cualquier problema eléctrico.

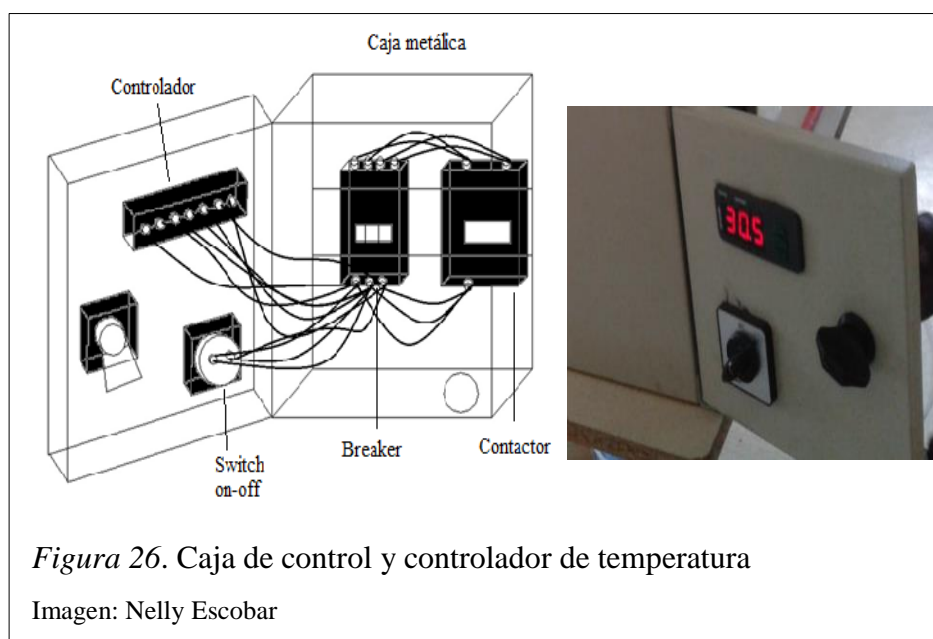


Figura 26. Caja de control y controlador de temperatura

Imagen: Nelly Escobar

Una vez terminada la construcción del biorreactor se encendió la caja de control y se activaron las resistencias, la temperatura requerida se obtuvo a través del controlador en el cual se seteó las condiciones de experimentación, éste tiene la capacidad de encenderse y apagarse automáticamente al llegar a la temperatura requerida.



3.2.3 Siembra de las muestras oxo-biodegradables.

La exposición a las condiciones medioambientales de las bolsas oxo-biodegradables fue a cielo abierto durante dos meses como se observa en la figura 30. Teniendo las siguientes condiciones: Temperatura máxima de 23,5 °C, temperatura mínima de 12 °C precipitación máxima de 28,1 mm, precipitación mínima de 0,3 mm, humedad relativa máxima de 89,9%, humedad mínima de 37,2%. Durante este proceso ciertas bolsas mostraron fragilidad y pequeñas roturas a lo largo de su estructura.



Figura 28. Bolsas expuestas a rayos solares

Imagen: Nelly Escobar

Luego de la etapa de secado, se procedió a la siembra de las bolsas expuestas en el espacio designado dentro del biorreactor para cada región.

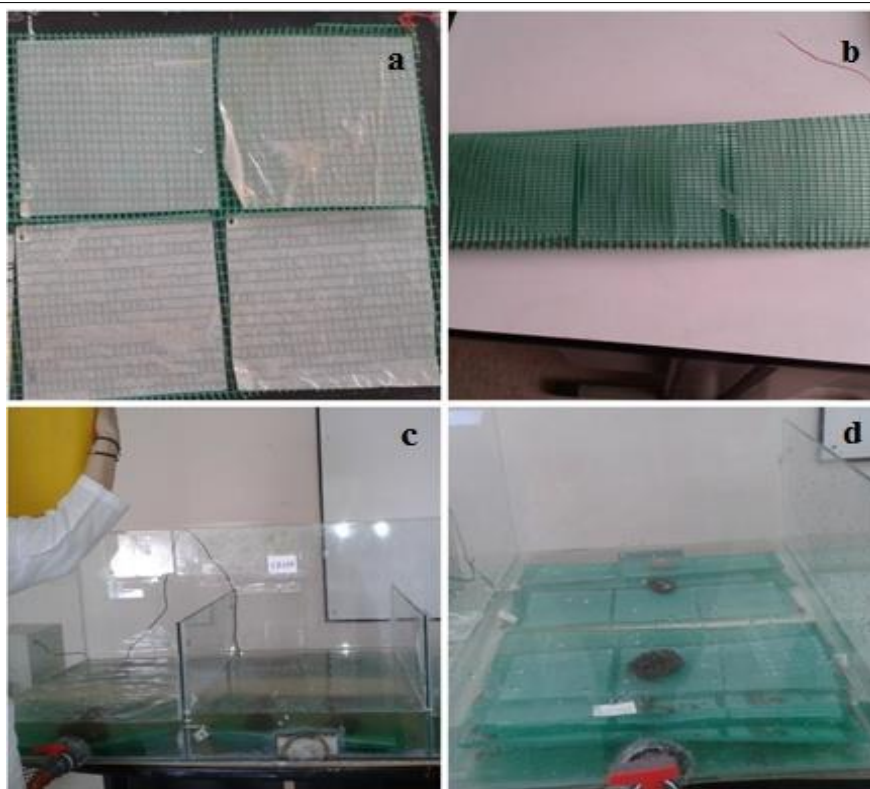


Figura 29. Proceso de siembra de las bolsas oxo-biodegradables.

a) muestras recortadas a un tamaño de 12 x 12 cm; b) muestras colocadas en mallas plásticas; c) colocación del agua; d) muestras sembradas.

Imagen: Nelly Escobar

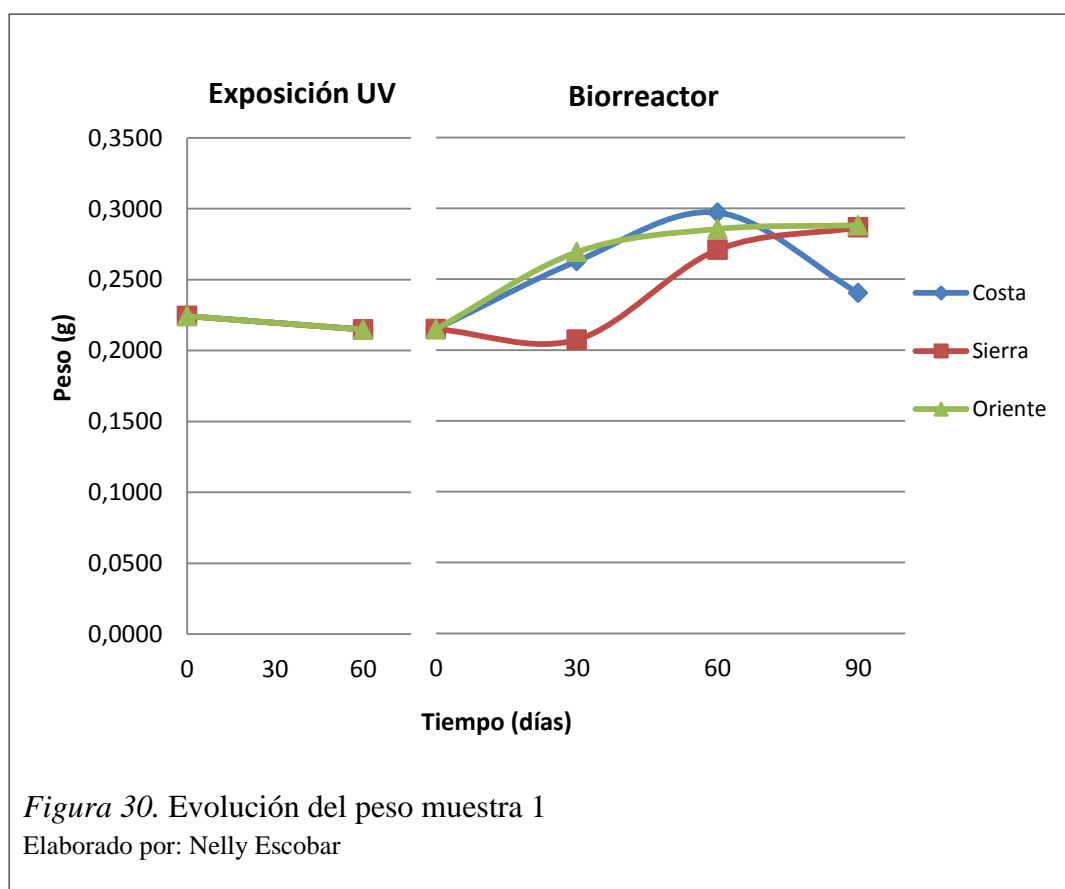
3.2.4 Cuantificación experimental.

Para el registro de datos de la experimentación se retiraron cada mes las muestras por región, dejándolas secar a la intemperie para el posterior análisis de las pruebas de laboratorio (peso, espesor, tensión calorimetría diferencial de barrido y espectroscopia de infrarrojo).

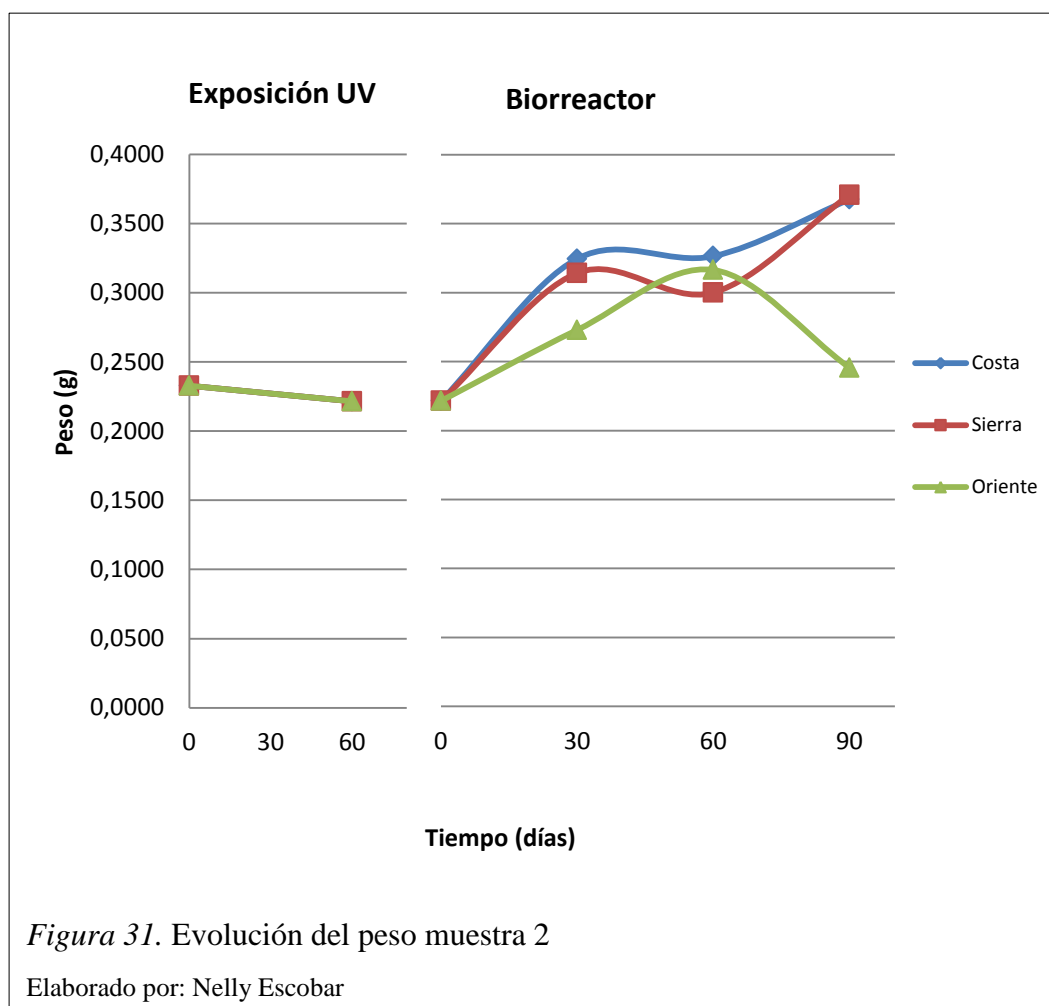
3.2.4.1 Cuantificación de peso.

Durante la experimentación las muestras frescas, expuestas y sembradas fueron pesadas respectivamente registrando los datos mes a mes obteniendo un promedio general por tipo de muestras y por región.

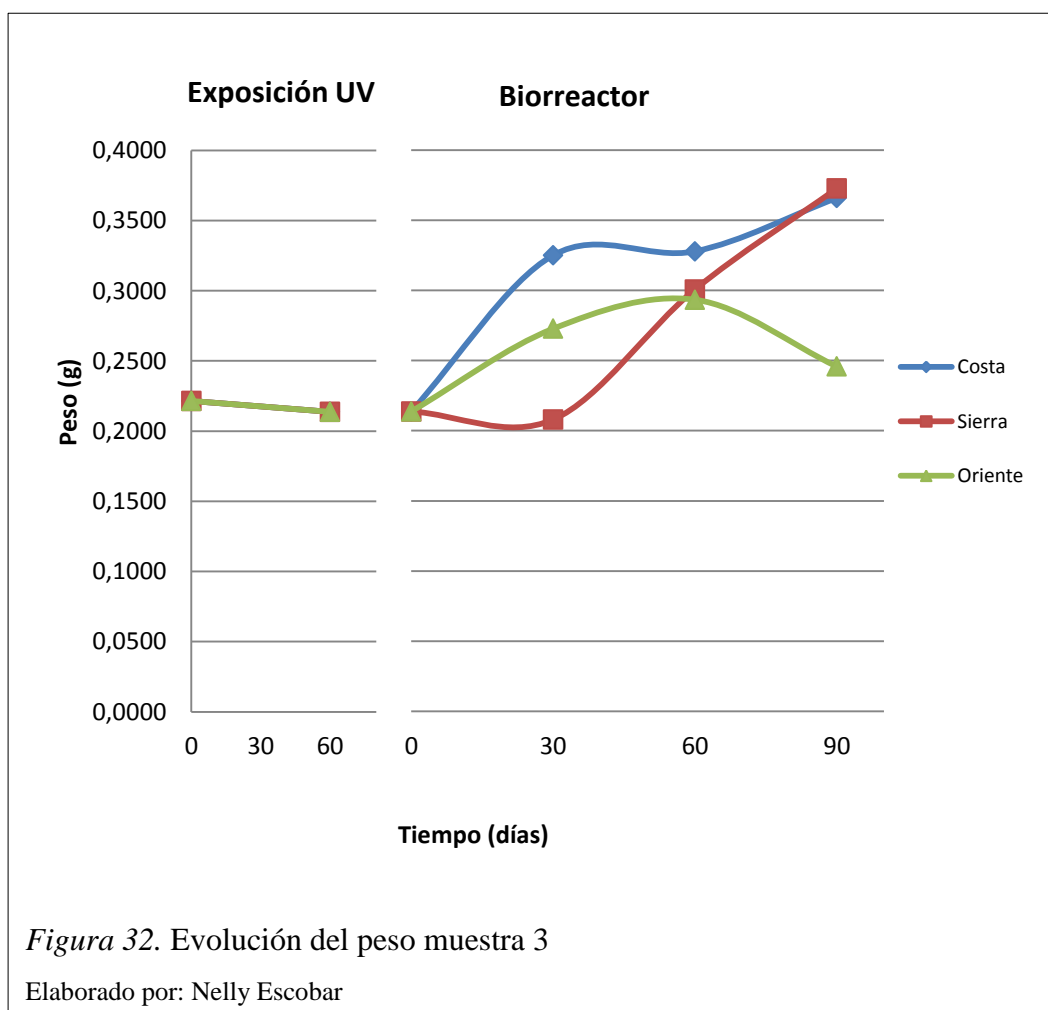
La evolución de peso en la muestra M1 en la etapa de exposición tuvo una tendencia disminuir sin embargo en la etapa en el biorreactor hubo un incremento en su masa en las tres regiones, esto se pudo deber a que el agua contenía mayor cantidad de sólidos los cuales se impregnaban en la muestra.



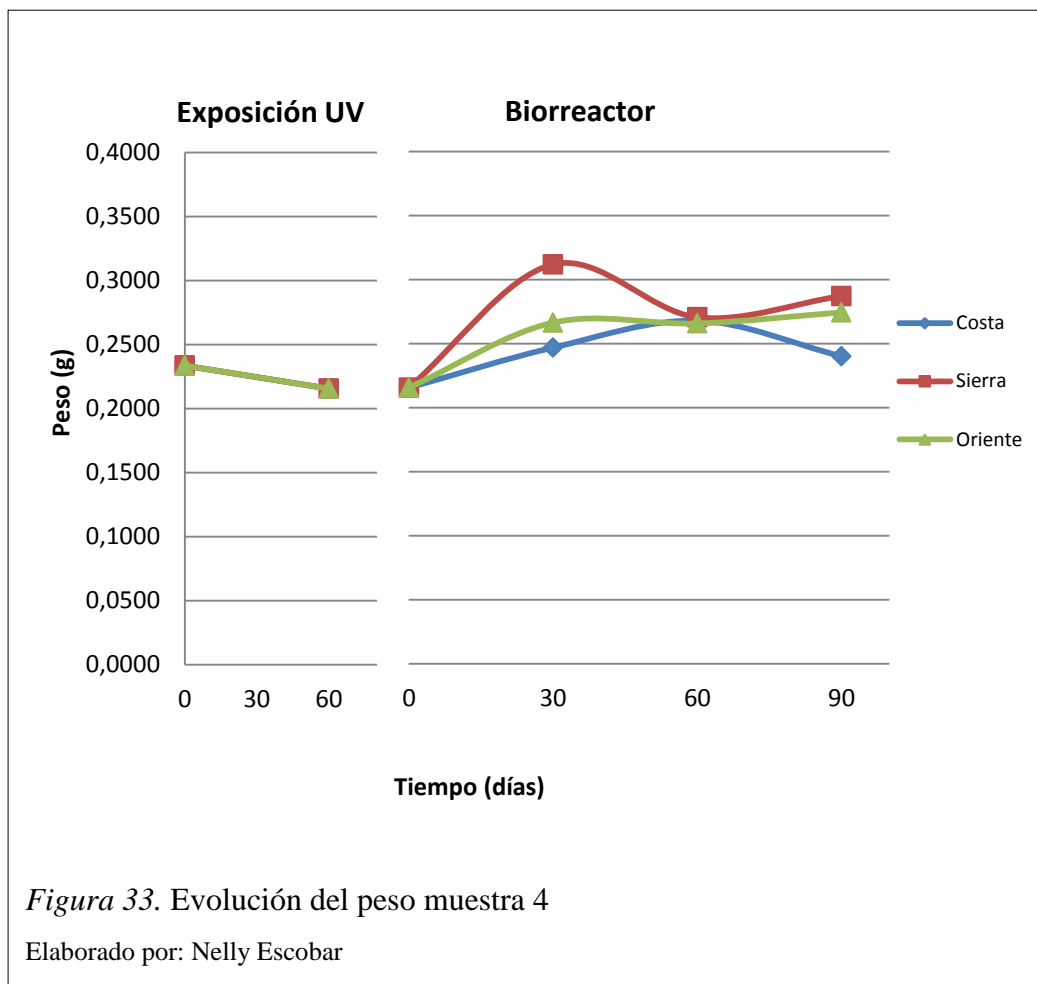
En la evolución de peso la muestra M2 en la etapa de exposición disminuyó la masa. En la etapa en el biorreactor tuvo una tendencia a subir de peso a diferentes intervalos durante los tres meses en la región Sierra y Costa mientras que en el oriente la muestra tuvo un comportamiento variable.



En la evolución de peso la muestra M3 en la etapa de exposición disminuyó la masa mientras que en la etapa en el biorreactor reportó un incremento en su masa a diferentes intervalos durante los tres meses, reportando valores más altos en la Sierra y Costa. Esto pudo ocurrir debido a que la muestra contenía muchos sólidos impregnados al estar sembrado en agua, influyendo al momento de pesar la muestra.



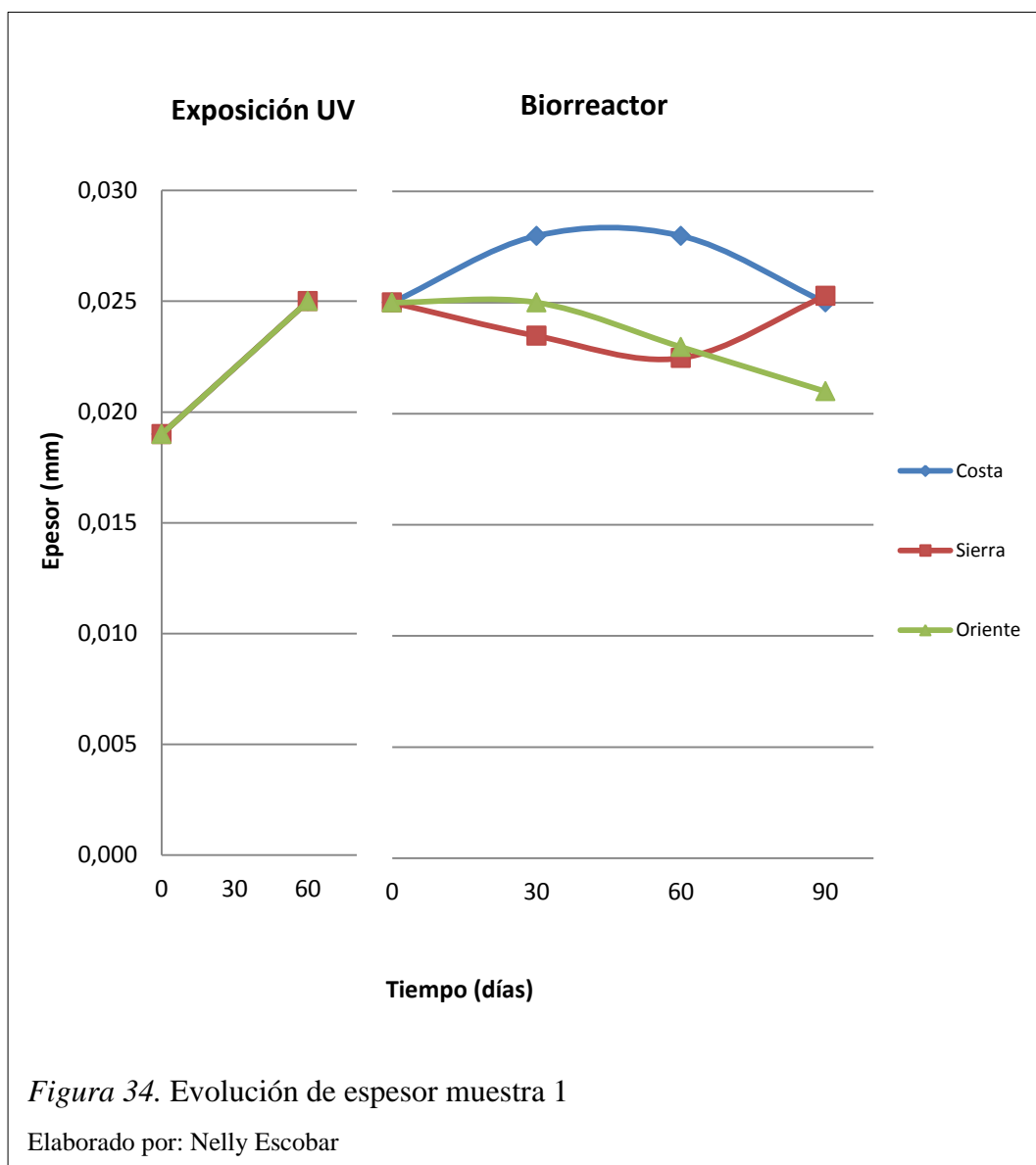
En la evolución de peso la muestra M4 en la etapa de exposición tuvo una disminución ligera en la masa mientras que en la etapa en el biorreactor reportó un incremento registrando los mayores valores en la región Costa y Sierra.



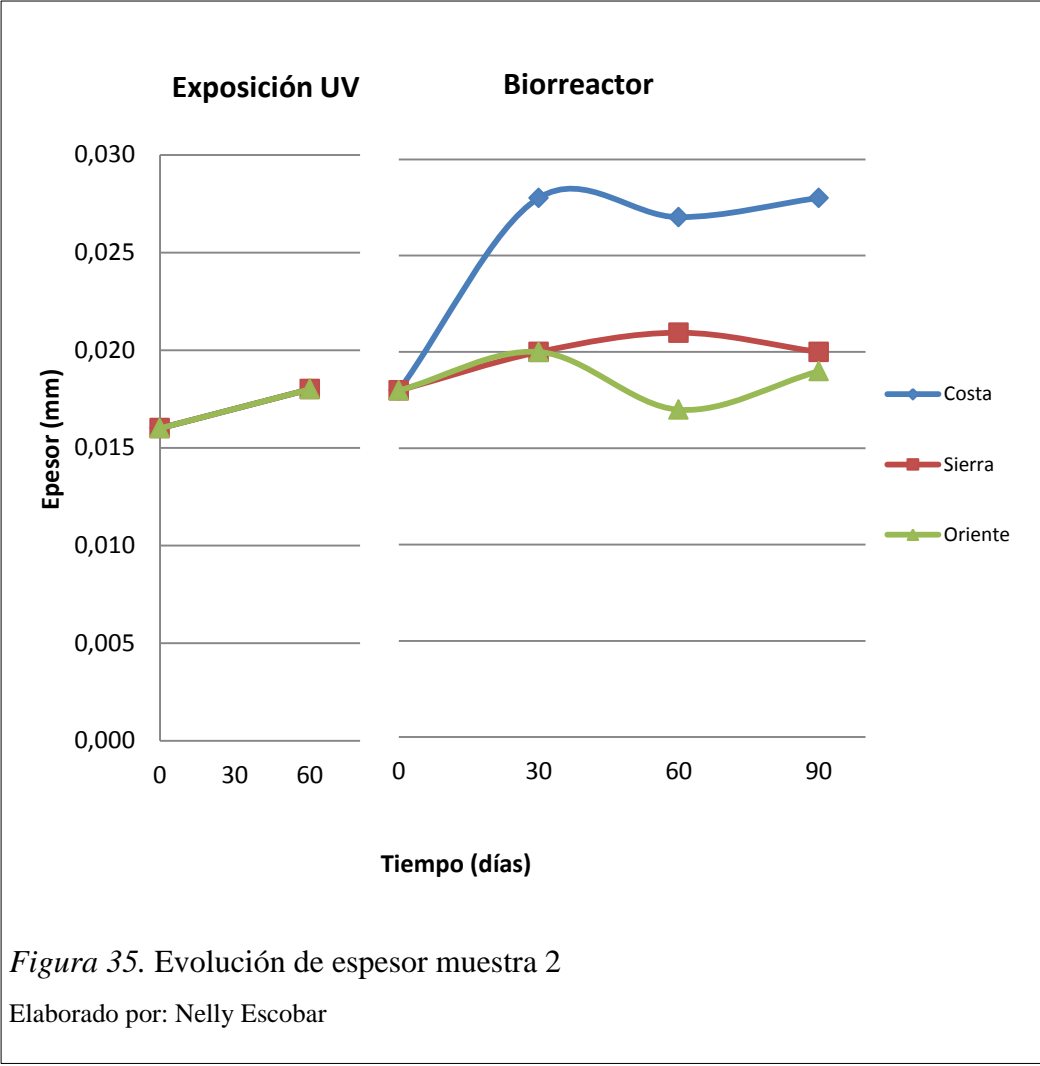
3.2.4.2 Cuantificación de espesor.

Durante la experimentación se realizó la prueba de espesor a las muestras frescas, expuestas y sembradas registrando los datos mes a mes, obteniendo un promedio general por tipo de muestras y por región.

En la muestra M1 durante la etapa de exposición y etapa en el biorreactor se observó un incremento en el espesor durante los tres meses con valores altos en la Costa y el Oriente sobre todo en el segundo mes obteniendo valores mínimo de 0,019 mm y un máximo de 0,028 mm, esto pudo darse ya que las moléculas de las muestras absorbieron agua incrementando su espesor, a medida que aumenta la temperatura aumenta la absorción de agua como lo indica (Bravo & Saavedra, 2007, p. 10)



En la muestra M2 durante la etapa de exposición y en el biorreactor se observó un incremento del espesor durante los tres meses, la región que registró mayor aumento en el espesor fue la Costa con un valor mínimo de 0,016 mm y valor máximo de 0,028 mm.



En la muestra M3 durante la exposición en las tres regiones se registró una ligera disminución en el espesor. En la etapa en el biorreactor en la Costa como en la Sierra se reportó un aumento del espesor con valores máximos de 0,029 mm y mínimos de 0,020 mm, mientras que en el Oriente el comportamiento del espesor fue relativamente constante obteniendo un valor inicial igual al final.

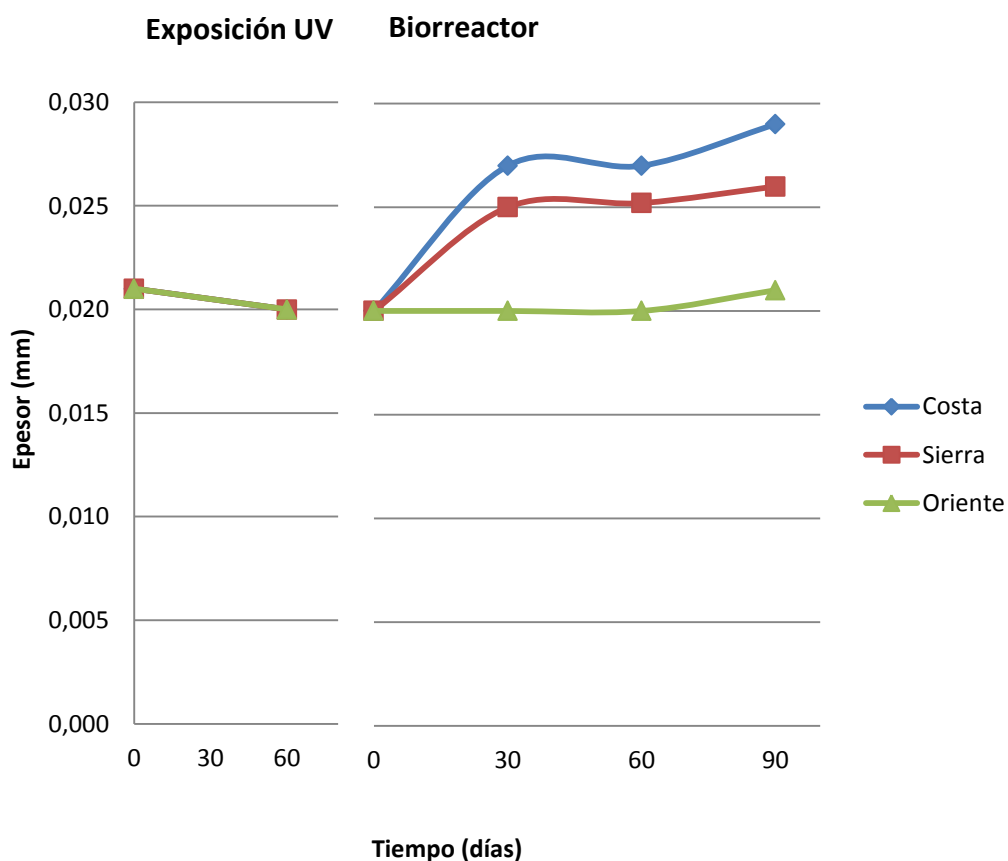
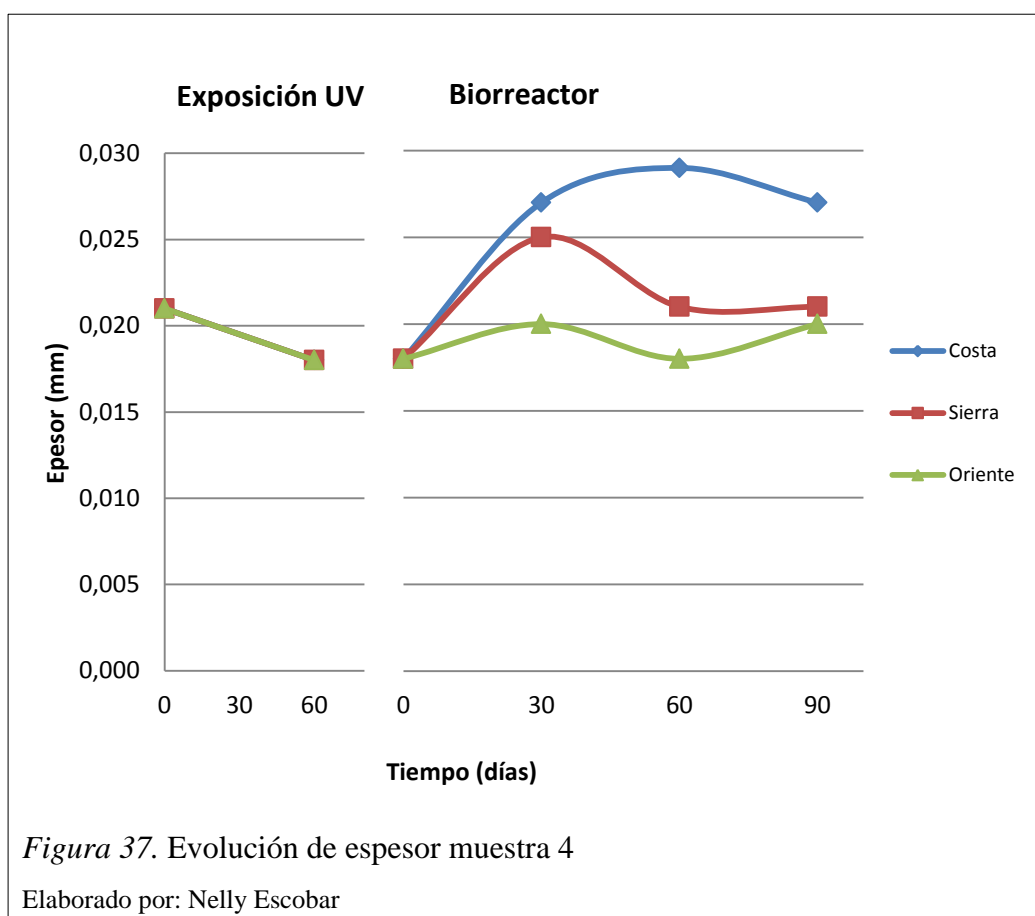


Figura 36. Evolución del espesor muestra 3

Elaborado por: Nelly Escobar

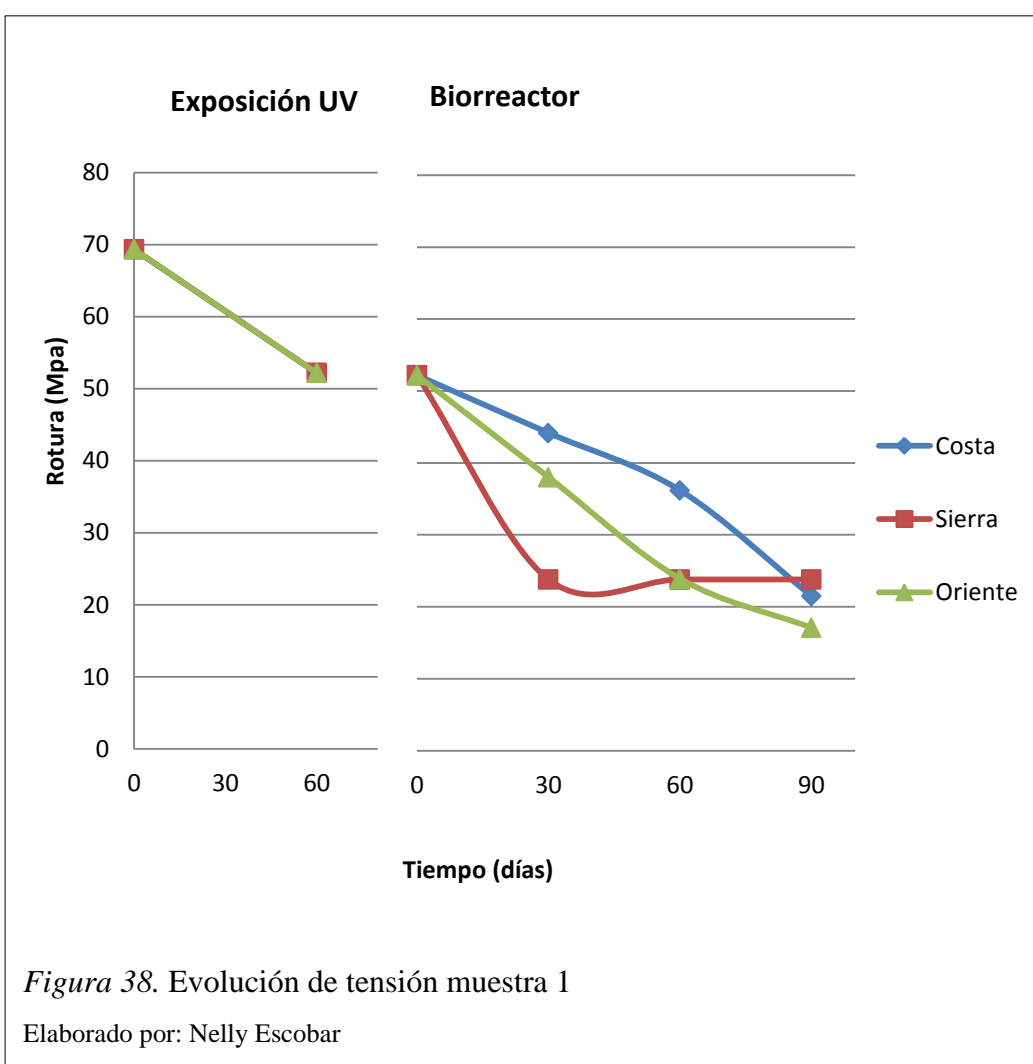
En la muestra M4 durante la etapa de exposición en las tres regiones se registró una ligera disminución en el espesor. En la etapa en el biorreactor en la región Costa como en la Sierra se reportó un aumento del espesor con valores máximo de 0,029 mm y mínimo de 0,018 mm, mientras que en el Oriente se registró una pequeña disminución del espesor, esto pudo pasar ya que las bolsas no tenían un espesor uniforme por lo tanto al realizarlas mediciones en diferentes puntos de la muestra existió aumentos y disminuciones.



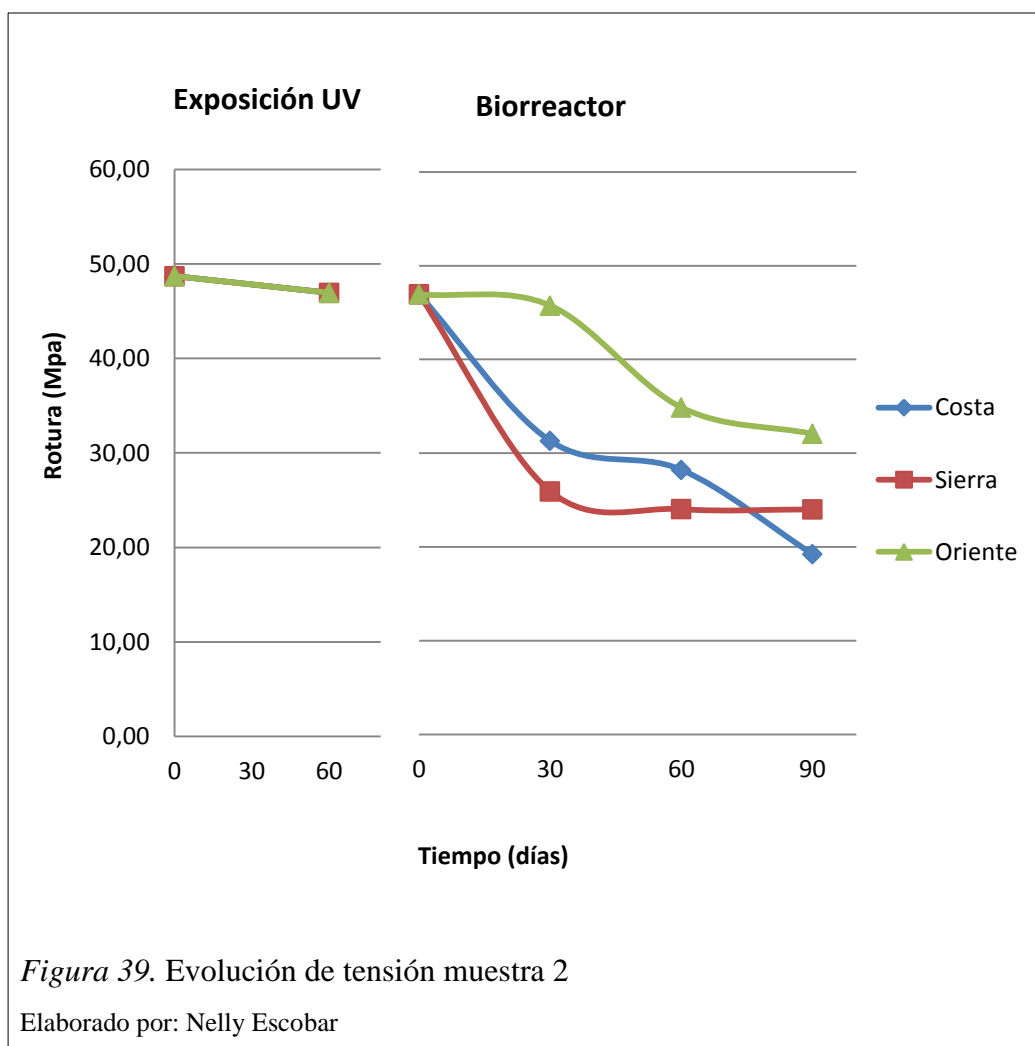
3.2.4.3 Prueba de tensión.

Durante la experimentación se realizó la prueba de tensión a las muestras frescas, expuestas y sembradas obteniendo los siguientes resultados:

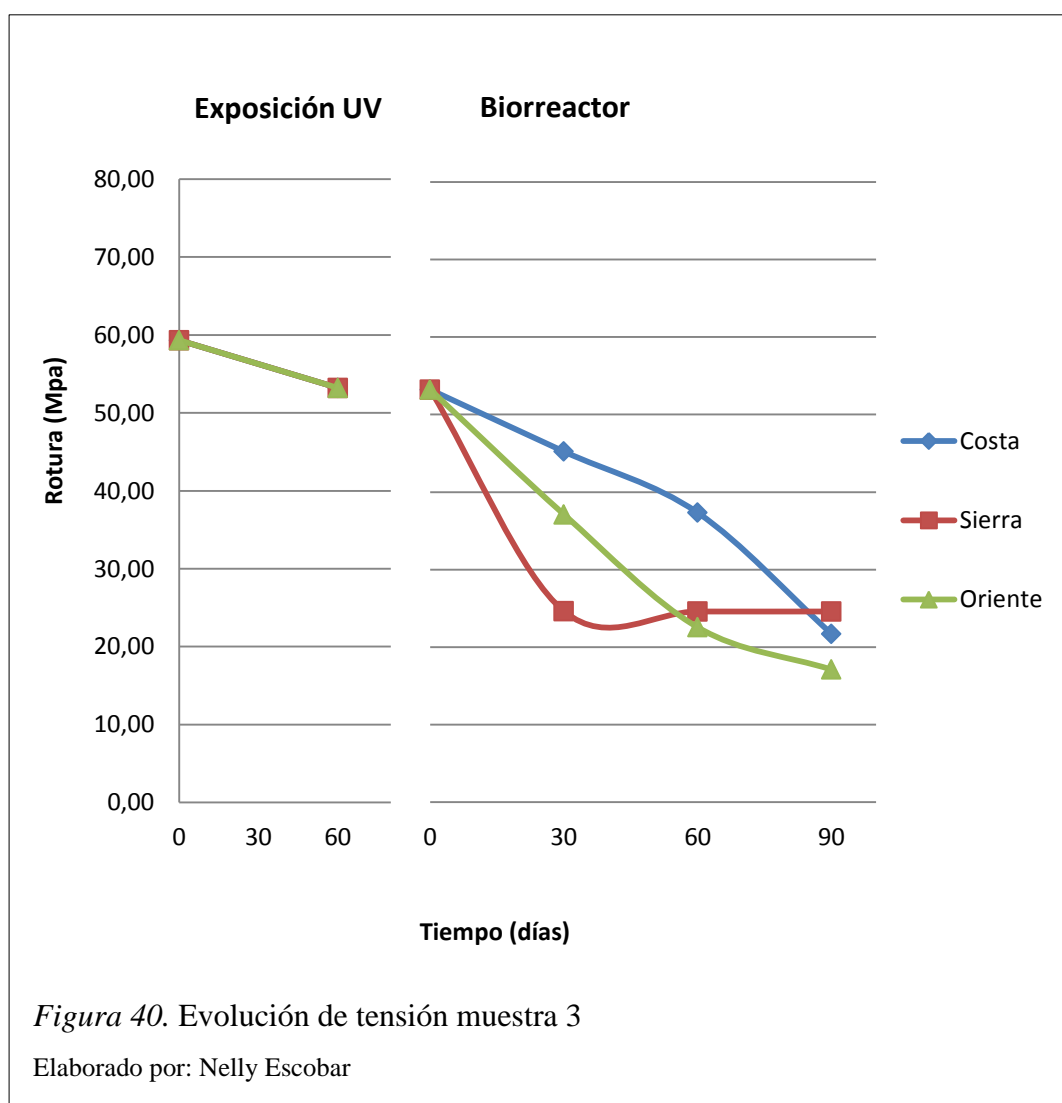
En la muestra M1 en la etapa de exposición a rayos solares y etapa en el biorreactor existió una disminución en cuanto a la resistencia en la ruptura teniendo un valor inicial de 69,33 Mpa para todas las regiones y un valor final de 21,51 Mpa en la Costa, 23,8 Mpa en la Sierra y 17,09 Mpa en el Oriente. Esta disminución puede deberse a la formación de pequeñas grietas en la muestra que se propagan como fisuras a lo largo del material, además que la luz solar es un factor que ataca y fragiliza el polímero, reduciendo su resistencia como lo indica (Ashby & Jones, 2009, p. 305,308) en su libro Materiales para ingeniería 2: Introducción a la microestructura, el procesamiento y el diseño.



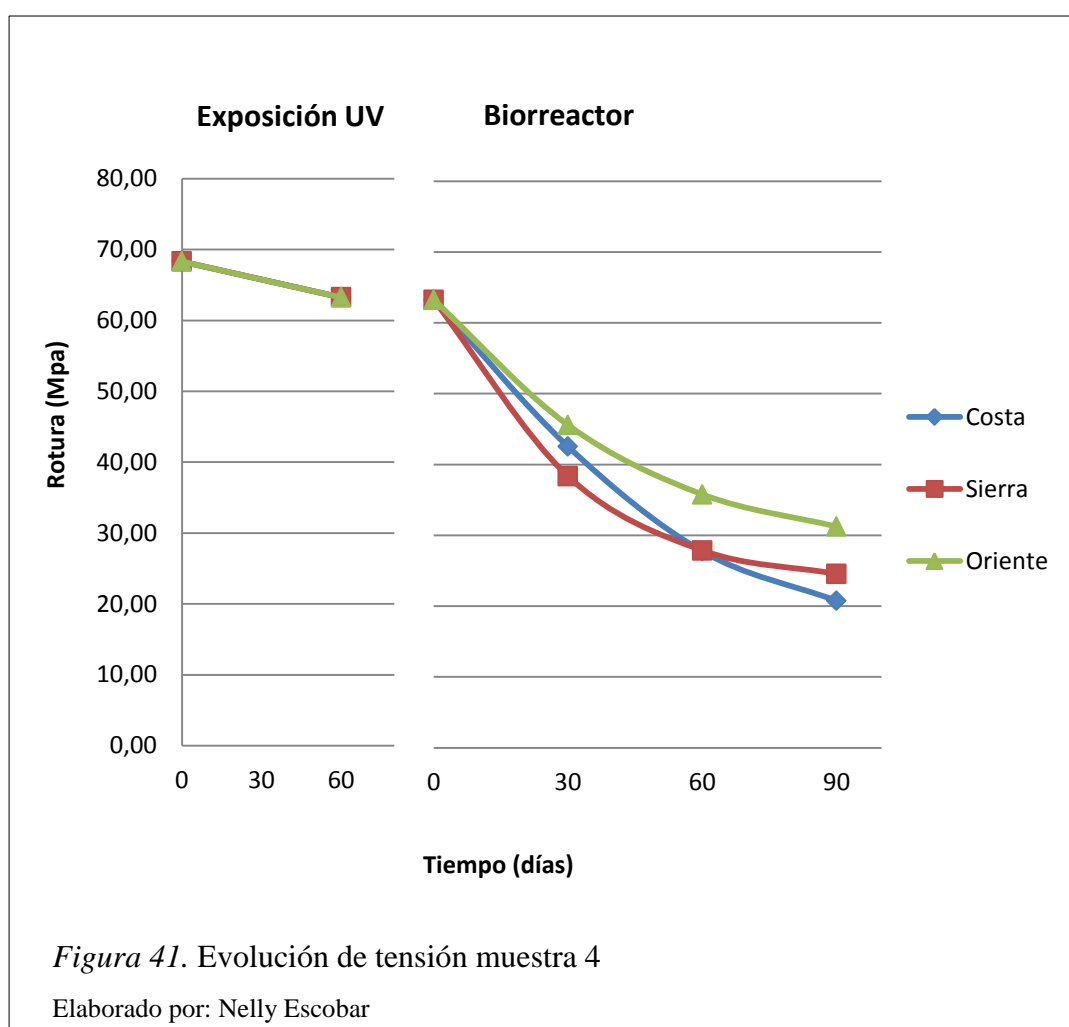
En la muestra M2 en la etapa de exposición a rayos solares y etapa en el biorreactor existió una disminución en cuanto a la resistencia en la ruptura, teniendo un valor inicial de 48,71 Mpa para todas las regiones y un valor final de 19,24 Mpa en la Costa, 24,10 Mpa en la Sierra y 32,07 Mpa en el Oriente. Esta tendencia a la ruptura pudo darse debido a que el espesor de la muestra era muy pequeño lo cual influyó en la prueba.



En la muestra M3 en la etapa de exposición a rayos solares y etapa en el biorreactor existió una disminución en cuanto a la resistencia en la ruptura, teniendo un valor inicial de 59,33 Mpa para todas las regiones y un valor final de 21,73 Mpa en la Costa, 24,60 Mpa en la Sierra y 17,11 Mpa en el Oriente. Estos valores reflejan que hubo un cambio en las propiedades tensiles de la muestra, ya que el requisito que necesita una bolsa plástica en cuanto a resistencia a la ruptura es 30 Mpa es a 30 como lo indica (Barbiere, 2010, p. 8)



En la muestra M4 Como en la etapa de exposición a rayos solares y etapa en el biorreactor existió una disminución en cuanto a la resistencia en la ruptura, teniendo un valor inicial de 68,31 Mpa para todas las regiones y un valor final de 20,76 Mpa en la Costa, 24,60 Mpa en la Sierra y 31,23 Mpa en el Oriente. La M4 reflejó que en el Costa hubo mayor disminución. este efecto pudo deberse a la presencia de partículas sólidas en el agua, las cuales forman micro fisuras que se extienden a lo largo de los extremos del material provocando mayor posibilidad de ruptura.



3.2.4.4 Calorimetría diferencial de barrido.

Durante la experimentación se realizó la prueba de DSC a las muestras frescas, expuestas y sembradas a través de termogramas, mismos que registraron valores de temperatura inicial y final como se observa en la tabla 9.

Las variaciones de temperaturas obtenidas demostraron que las bolsas no empezaron un proceso de degradación, ya que no hubo cambios de temperatura notables durante toda la experimentación. Para su comprobación se obtuvo la desviación y porcentaje de coeficiente de cada muestra teniendo que la muestra M1 registró una desviación máxima de 2,40 y un % de coeficiente máximo de 1,64. La muestra M2 registró una desviación máxima de 2,47 y un porcentaje de coeficiente máximo de 2,39. La muestra M3 registró una desviación máxima de 2,39 y un porcentaje de coeficiente máximo de 1,63. La muestra M4 registró una desviación máxima de 2,51 y un porcentaje de coeficiente máximo de 2,33.

Tabla 9. *Variaciones temperatura de fusión por tipo de muestra y regiones*

Región		M1		M2		M3		M4	
		Temperatura inicial °C	Temperatura final °C	Temperatura inicial °C	Temperatura final °C	Temperatura inicial °C	Temperatura final °C	Temperatura inicial °C	Temperatura final °C
Costa	Promedio (60,0,30,60,90)	124,2556	145,217	125,1784	145,534	124,1662	145,7104	125,109	145,598
	Desviación	1,90	1,99	2,47	1,38	1,89	2,36	2,51	1,42
	% coeficiente de variación	1,53	1,37	1,97	0,95	1,52	1,62	2,00	0,98
Sierra	Promedio (60,0,30,60,90)	124,367	146,073	123,877	146,239	124,272	146,095	123,720	146,215
	Desviación	1,67	2,40	1,63	3,49	1,71	2,39	1,66	3,40
	% coeficiente de variación	1,34	1,64	1,32	2,39	1,37	1,63	1,34	2,33
Oriente	Promedio (60,0,30,60,90)	123,777	144,300	124,296	145,720	123,701	144,331	124,638	145,802
	Desviación	1,47	1,96	2,11	1,75	1,50	1,97	2,10	1,81
	% coeficiente de variación	1,19	1,36	1,70	1,20	1,22	1,37	1,69	1,24

Elaborado por: Nelly Escobar

3.2.4.5 Prueba espectroscopia de infrarrojo.

Durante la experimentación se realizó la prueba de FT-IR a las muestras frescas, expuestas y sembradas obteniendo espectros de infrarrojo (Ver anexo 5) con los siguientes resultados:

En la muestra M1, se identificó grupos funcionales permanentes a los largo de la experimentación en las tres regiones teniendo así alcanos con picos de 3000-2800 cm^{-1} , haluros con picos de 875-540 cm^{-1} y el polietileno con picos de 900-600 cm^{-1} , sin embargo en la Costa en el segundo mes identificó nuevos grupos funcionales de ácidos carboxílicos con picos de 3365,9–3373,8 cm^{-1} y en el tercer mes hidroperóxidos con picos de 3373,8 cm^{-1} . En la Sierra en el tercer mes aparecieron alcoholes, anhídridos, ester, con picos de 1077,28 cm^{-1} . Estos nuevos grupos funcionales cuyos enlaces son más fáciles de romper reflejaron que las bolsas si empezaron un proceso de degradación, como lo indica (Quiróz et al. 2009, p. 184) en su estudio de la degradación en polímeros oxo-biodegradables.

Tabla 10. Grupos funcionales de la muestra 1

Región	Grupo funcional y número de onda (cm^{-1})							
	Hidroperóxidos (3650-3200)	C-H Alcanos (3000-2800)	COOH Ácidos carboxílicos (3400-2400)	C-C Alcanos estiramiento (1610-1450)	C-O Alcoholes, éteres, ésteres, anhídridos. (1300-1000)	S=O (1070-1010)	Polietileno (900-600)	CO-Cl Haluro (cloruro) (785-540)
Fresca								
		X		X			X	X
Expuesta								
		X		X			X	X
Primer mes								
Costa		X		X		X	X	X
Sierra		X		X			X	X
Oriente		X		X		X	X	X
Segundo mes								
Costa		X	X	X		X	X	X
Sierra		X		X		X	X	X
Oriente		X		X		X	X	X
Tercer mes								
Costa	X	X	X			X	X	X
Sierra	X	X		X	X		X	X
Oriente		X		X		X	X	X

Elaborado por: Nelly Escobar

En la muestra M2 a lo largo de la experimentación se registró en las tres regiones grupos permanentes de alcanos con picos de $3000-2800\text{cm}^{-1}$, grupos de cloruros con picos de $785-540\text{cm}^{-1}$ y el polietileno con picos de $900-600\text{cm}^{-1}$. En los últimos meses de experimentación específicamente en el tercero en la Costa, Sierra y Oriente se identificaron nuevos grupos de ácidos carboxílicos e hidroperóxidos con picos de $3650-3200\text{cm}^{-1}$ y alcoholes, anhídridos, ésteres con picos de $1300-1000\text{cm}^{-1}$. Estos nuevos grupos funcionales reflejaron que las bolsas si empezaron un proceso de degradación.

Tabla 11. *Grupos funcionales de la muestra 2*

Región	Grupo funcional y número de onda (cm^{-1})								
	Hidroperóxidos (3650-3200)	C-H Alquinos (3400-3300)	C-H Alcanos (3000-2800)	COOH Ácidos carboxílicos (3400-2400)	CO-X Haluro de acilo (1815-1785)	Fluoruro (1400-1000)	C-O Alcoholes, éteres, ésteres, anhídridos (1300-1000)	Polietileno (900-600)	CO-Cl Haluro (cloruro) (785-540)
	Fresca								
			X					X	X
	Expuesta								
			X					X	X
Primer mes									
Costa	X	X	X		X			X	X
Sierra			X		X			X	X
Oriente	X		X	X			X	X	X
Segundo mes									
Costa	X		X	X	X		X	X	X
Sierra			X					X	X
Oriente			X				X	X	X
Tercer mes									
Costa	X	X	X	X	X	X	X	X	X
Sierra	X	X	X	X			X	X	X
Oriente	X		X		X		X	X	X

Elaborado por: Nelly Escobar

En la muestra M3 tanto en la etapa de exposición y en el biorreactor en las tres regiones existieron grupos permanentes de alcanos con picos de 3000-2800cm⁻¹, grupos haluros específicamente cloruros con picos de 785-540cm⁻¹ y el polietileno con picos de 900-600 cm⁻¹. En los últimos meses se identificaron nuevos grupos funcionales de hidroperóxidos con picos de 3650- 3000 cm⁻¹ y grupos alcoholes, anhídridos, esterres, con picos de 1300 – 1000 cm⁻¹. La presencia de los grupos carbonilos e hidroperóxidos en los últimos meses reflejaron que la muestra empezó un proceso de degradación.

Tabla 12. *Grupos funcionales de la muestra 3*

Región	Grupo funcional y número de onda (cm ⁻¹)					
	Hidroperóxidos (3650-3200)	C-H Alcanos (3000-2800)	C-C Alcanos estiramiento (1610-1450)	C-O Alcoholes. éteres, ésteres, ácidos carboxílicos, anhídridos (1300-1000)	Polietileno (900-600)	CO-CL Haluro (cloruro) (785-540)
	Fresca					
		X	X		X	X
	Expuesta					
			X		X	X
Primer mes						
Costa		X	X	X	X	X
Sierra		X	X	X	X	X
Oriente		X	X	X	X	X
Segundo mes						
Costa	X	X	X	X	X	X
Sierra		X	X	X	X	X
Oriente		X	X	X	X	X
Tercer mes						
Costa	X	X	X	X	X	X
Sierra	X	X	X	X	X	X
Oriente		X	X	X	X	X

Elaborado por: Nelly Escobar

En la muestra M4 en la etapa de exposición y en el biorreactor en las tres regiones hubo la existencia de grupos alcanos con picos de $3000 - 2800\text{cm}^{-1}$, grupos cloruros con picos de $785 - 540\text{ cm}^{-1}$ y el polietileno con picos de $900 - 600\text{cm}^{-1}$. En los últimos meses en las tres regiones aparecieron nuevos grupos funcionales de hidroperóxidos con picos de $3650 - 3200\text{ cm}^{-1}$ y alcoholes, anhídridos, ésteres con picos de $1300 - 1000\text{ cm}^{-1}$. Los picos de absorbancia de la región de los carbonilos e hidroperóxidos crecieron conforme aumenta el tiempo por lo que hubo evidencia de un inicio de degradación.

Tabla 13. *Grupos funcionales de la muestra 4*

Región	Grupo funcional y número de onda (cm^{-1})						
	OH alcoholes, fenoles (3400-3200)	C-H alcanos (3000-2800)	CO-X haluro de acilo (1815-1785)	C-C alcanos estiramiento (1610-1450)	C-O alcoholes, éteres, ácidos carboxílicos, anhídridos (1300-1000)	Polietileno (900-600)	CO-Cl Haluro (cloruro) (785-540)
	Fresca						
		X		X		X	X
	Expuesta						
		X		X		X	X
Primer mes							
Costa	X	X	X	X	X	X	X
Sierra		X	X			X	X
Oriente		X		X	X	X	X
Segundo mes							
Costa	X	X	X	X	X	X	X
Sierra		X		X	X	X	X
Oriente		X		X	X	X	X
Tercer mes							
Costa	X	X	X	X	X	X	X
Sierra	X	X		X	X	X	X
Oriente		X	X	X	X	X	X

Elaborado por: Nelly Escobar

3.2.4.6 Parámetros de calidad de agua.

Se realizaron las mediciones de pH, OD y conductividad del agua utilizada antes de ser colocada en el biorreactor, las cuales fueron promediadas como se observa en la tabla 14. Para la realización de las cartas de control se utilizó como dato puntual el promedio determinado y los valores registrados durante la experimentación.

Tabla 14. *Datos de los parámetros de control del agua para la experimentación*

Parámetros	Costa	Sierra	Oriente
pH	8,1	8,8	8,6
Conductividad (Us/cm)	48972	474	390
Oxígeno disuelto (ppm)	5,71	5,90	5,06

Elaborado por: Nelly Escobar

- pH:** a lo largo de la experimentación, se obtuvo en la Costa un comportamiento casi constante con un valor máximo de 8,60 y mínimo de 7,93 como se indica en la figura 44. En la Sierra un comportamiento variable con incrementos en el segundo mes con valores máximos de 9,30 y mínimos de 8,25 como se indica en la figura 45. En el Oriente tuvo una tendencia a subir en el último mes con valores máximos de 8,78 y mínimos de 8,15 como se indica en la figura 46. Las variaciones existentes pudo darse debido al aumento de temperatura en las respectivas regiones.

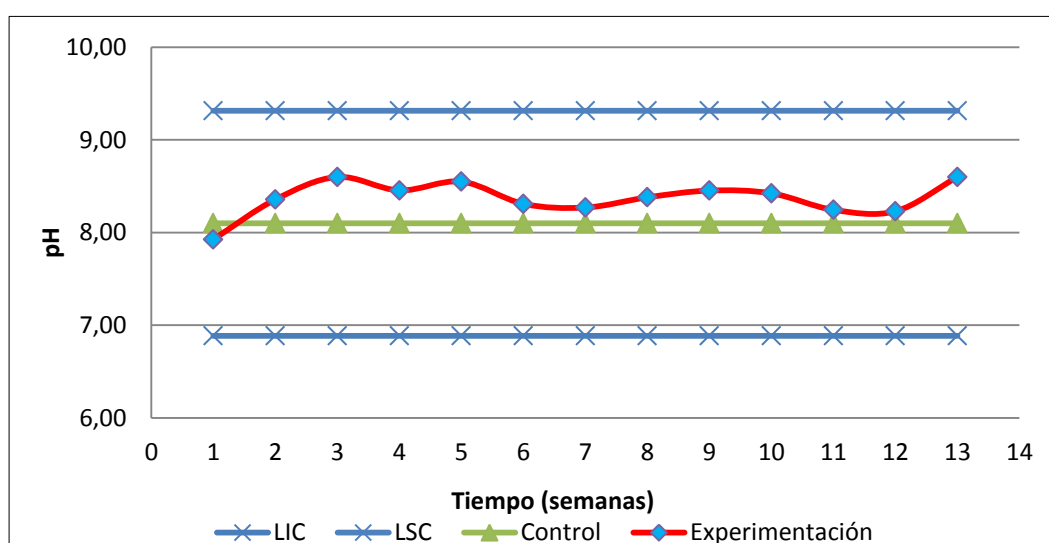
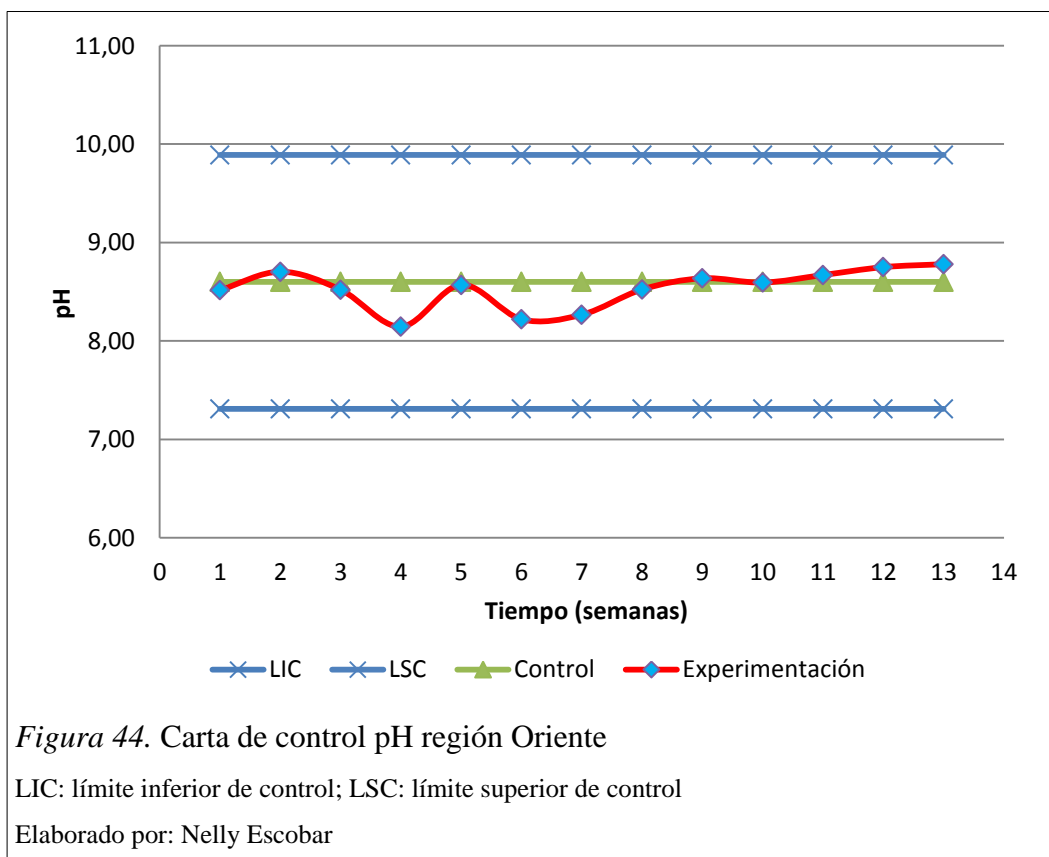
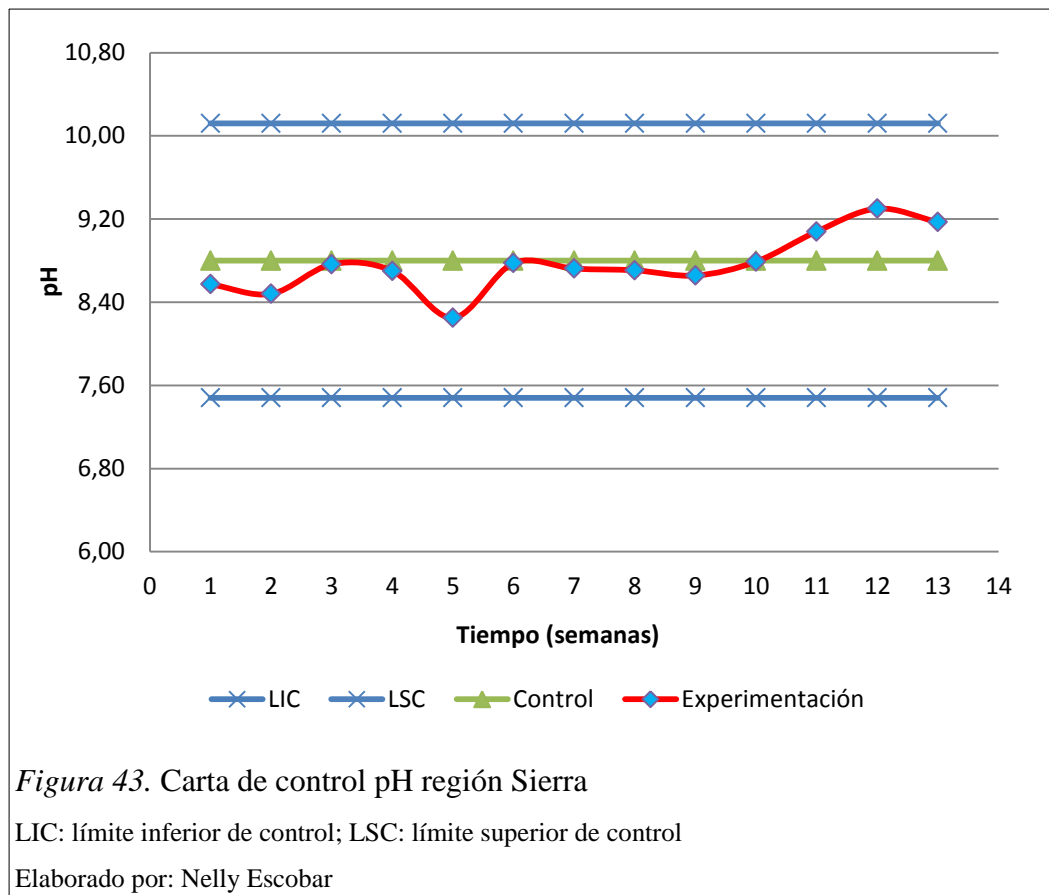


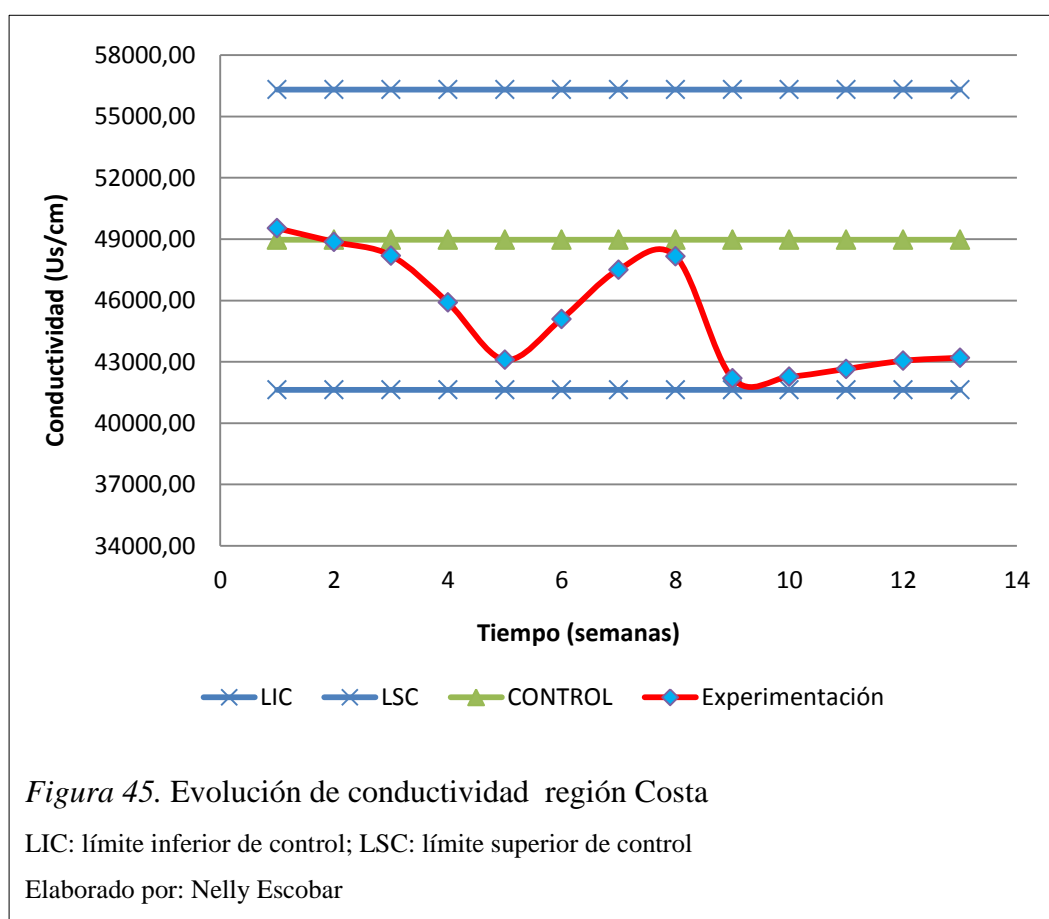
Figura 42. Evolución de pH región Costa

LIC: límite inferior de control; LSC: límite superior de control

Elaborado por: Nelly Escobar



- **Conductividad:** con los datos registrados diariamente a lo largo de la experimentación se obtuvo en la Costa un comportamiento casi constante con una ligera disminución en el último mes con valores máximos de 49533 Us/cm y mínimos de 42200 Us/cm como se indica en la figura 47. En la Sierra un comportamiento casi constante a lo largo de la experimentación con valores máximos de 538 Us/cm y mínimos de 421 Us/cm como se indica en la figura 48. En el Oriente tuvo un incremento moderado a lo largo de la experimentación registrando valores máximos de 431 Us/cm y mínimos de 350 Us/cm como se indica en la figura 49. Las variaciones existentes pudo darse debido al aumento de temperatura en el agua y la cantidad de contenido mineral existente en las respectivas regiones.



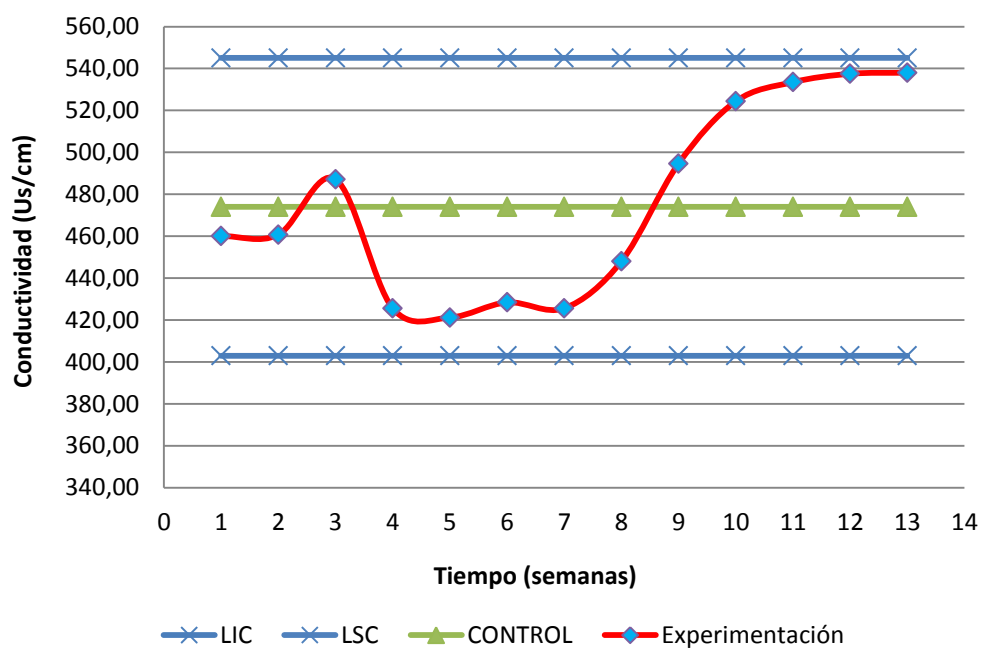


Figura 46. Evolución de conductividad región Sierra

LIC: límite inferior de control; LSC: límite superior de control

Elaborado por: Nelly Escobar

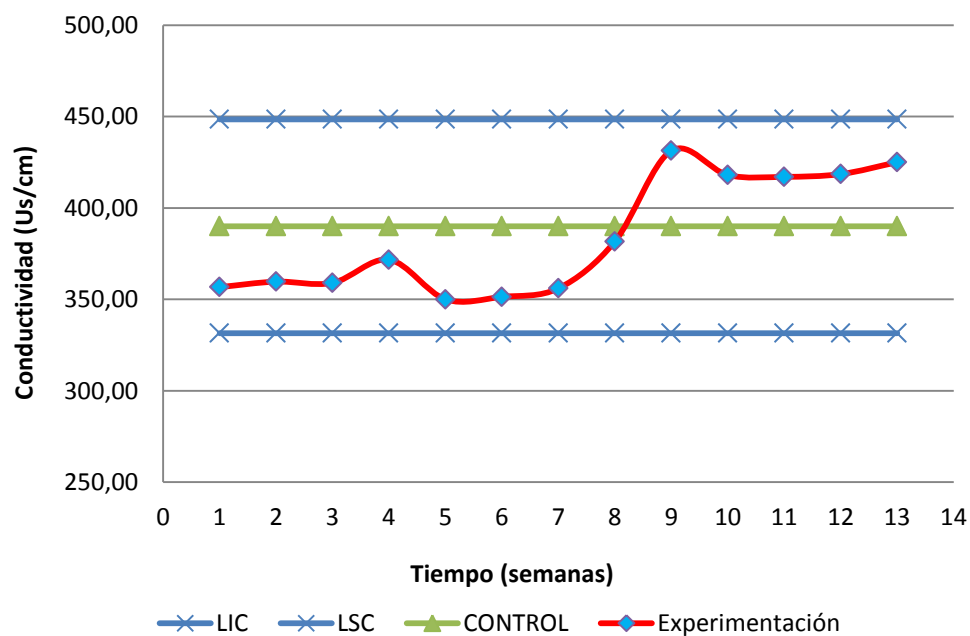
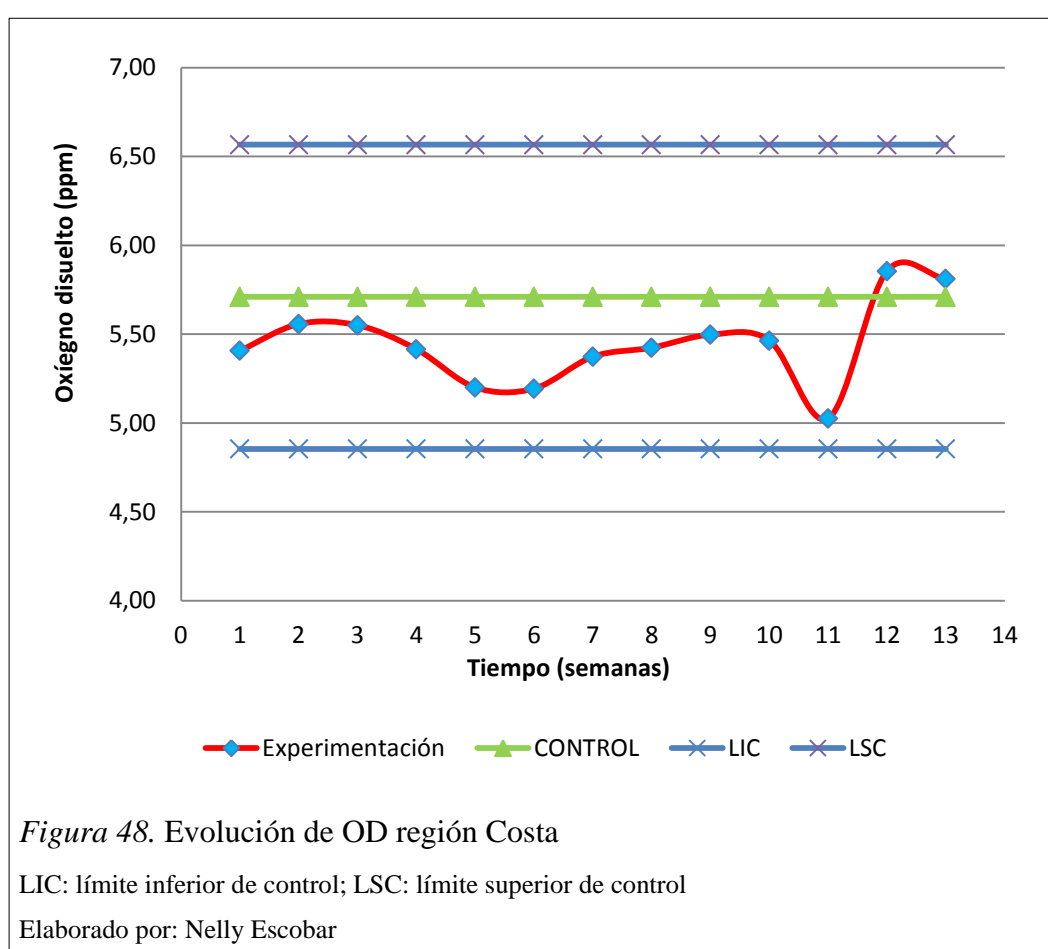


Figura 47. Evolución de conductividad región Oriente

LIC: límite inferior de control; LSC: límite superior de control

Elaborado por: Nelly Escobar

- **Oxígeno disuelto:** con los datos registrados diariamente a lo largo de la experimentación se obtuvo que en la Costa hubo un ligero incremento con un valor máximo de 5,86 ppm y mínimo de 5,03 ppm como se indica en la figura 50. En la Sierra tuvo un comportamiento variable con pequeñas disminuciones en el segundo mes con valores máximos de 6,54 ppm y mínimos de 5,31 ppm como se indica en la figura 51. En el Oriente hubo variaciones moderadas con una tendencia a subir en el último mes con valores máximos de 5,67 y mínimos de 5,02 ppm como se indica en la figura 52. Las variaciones pudo darse debido a la cantidad de flujo de aireación recibida, el aumento de temperatura del agua ya que este disminuye el OD.



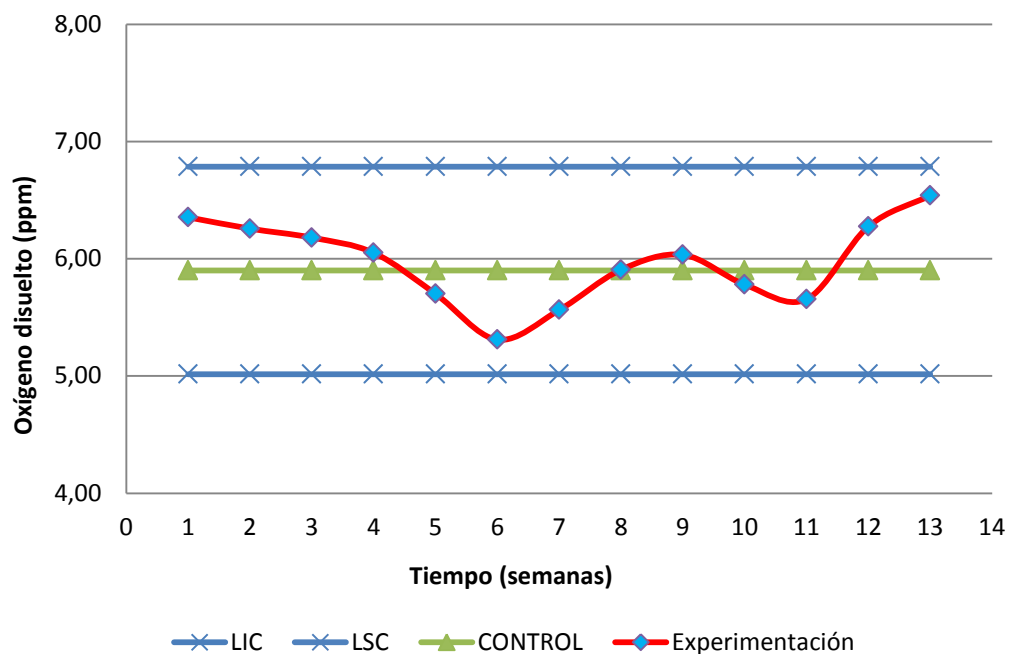


Figura 49. Evolución de OD región Sierra

LIC: límite inferior de control; LSC: límite superior de control

Elaborado por: Nelly Escobar

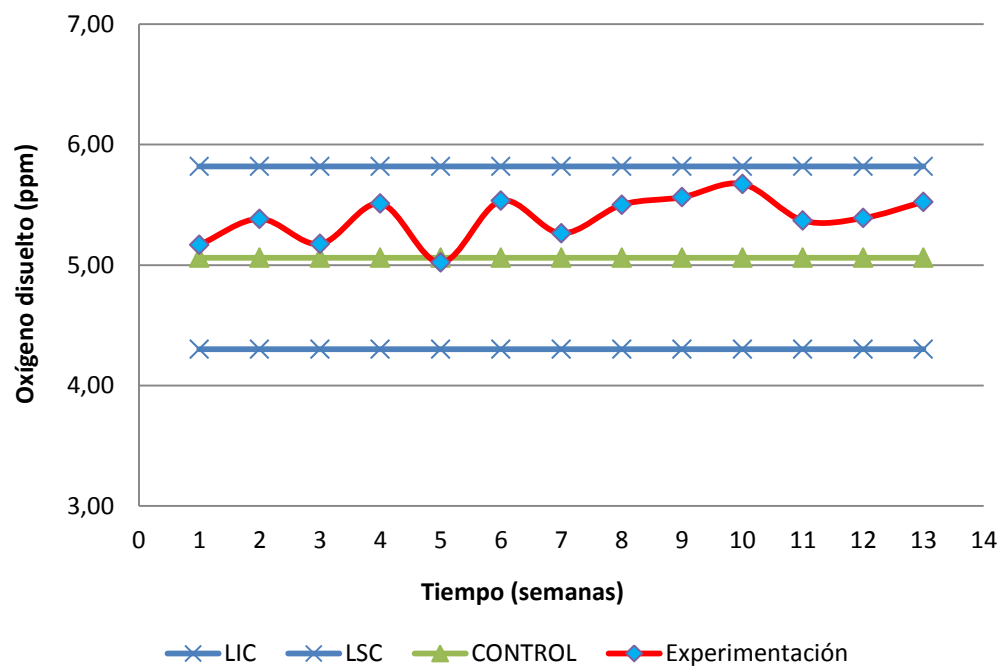


Figura 50. Evolución de OD región Oriente

LIC: límite inferior de control; LSC: límite superior de control

Elaborado por: Nelly Escobar

CONCLUSIONES

- Según el estudio de las cadenas comerciales a través de los diferentes centros de expendio de productos en las tres regiones se concluyó que: en la Sierra existe un uso del 36 % de bolsas oxo-biodegradables mientras que el 64 % corresponde a bolsas normales. En la Costa existe un uso del 27% de bolsas oxo-biodegradables mientras que el 72% corresponde a bolsas normales y en el Oriente un uso del 71% de bolsas oxo-biodegradables mientras que el 29% corresponde a bolsas normales.
- En la etapa de exposición se registró una disminución del peso desde el 3,5% al 7,4 % y del espesor desde un 4,8% al 14,36 % en todas las muestras, esto se debió a que los rayos solares permiten que las bolsas pierdan resistencia, debido a que la energía de la luz ultravioleta es mayor que la energía de unión de los enlaces C-C y C-H rompiendo las cadenas moleculares reduciendo su peso molecular y espesor.
- En la etapa en el biorreactor se registró un aumento de peso desde 14,8 % hasta 57,4% y del espesor sobre el 4,8 % en todas las muestras. Reportándose los mayores valores en la Costa y Sierra, debido a que el agua en las que se encontraban contenían mayor cantidad de sólidos, dándose una deposición de partículas sobre la muestras lo cual influyeron al momento de realizar las pruebas. Por otra parte al realizar las mediciones en distintos puntos de la muestras unas partes de las mismas reportaron valores bajos mientras otras valores altos.
- Los espectros obtenidos en los últimos meses de la experimentación en las muestras M1, M2, M3 y M4 tanto en la Costa, Sierra y Oriente, indicaron la formación de grupos carbonilos e hidroperóxidos cuyos enlaces son fáciles de romper, reflejando que se empezó un proceso de degradación.
- A lo largo de la experimentación todas las muestras reflejaron una disminución en su resistencia a la ruptura superior al 49%, esta pérdida de resistencia se debió a la presencia de fisuras en las muestras, la cantidad de plastificantes que

contenían y el espesor mismo de las muestras, factores que influyeron directamente en la tensión.

- Las condiciones ambientales de temperatura simuladas en el agua dulce y salada estuvieron dentro de los límites de control teniendo en la Costa valores máximos de 32,4 °C y mínimos de 29,9 °C, en la Sierra se obtuvo valores máximos de 22,4 °C y mínimos de 20,2 °C y en el Oriente se obtuvo valores máximos de 32 °C y valores mínimo de 29 °C.
- Los parámetros controlados en el agua: pH, oxígeno disuelto y conductividad eléctrica tuvieron variaciones a lo largo de la experimentación pero siempre manteniéndose dentro de los límites de control establecidos. Dichas variaciones fueron principalmente debidas al aumento de temperatura y el contenido mineral del agua ya que éstos afectan directamente a los parámetros antes mencionados.

RECOMENDACIONES

- Se recomienda realizar mediciones de otros parámetros en el agua como sólidos totales para controlar de manera más específica su variación durante la experimentación.
- Las autoridades respectivas deberían trabajar en conjunto con las empresas fabricantes o distribuidoras de bolsas para motivar la producción de productos amigables con el ambiente a través de incentivos económicos o inversiones que ayuden a mejorar su producción.
- Para continuar el estudio se recomienda estudiar los posibles microorganismos que puedan ayudar a la biodegradación de bolsas oxo-biodegradables.

LISTA DE REFERENCIAS

- Aguilar, L. (2011). Evaluación del deterioro de polímero sellante de juntas de motor en un ambiente con mezclas de etanol-gasolina. *Tesis Universidad Industrial de Santander facultad de ingenierías fisicoquímicas*. Bucaramanga.
- APHA. (1992). *Usa government documents*. Recuperado el 02 de diciembre de 2013, de Conductivity: <https://ia600300.us.archive.org/16/items/gov.law.apha.method.2510.1992/apha.method.2510.1992.pdf>
- APHA. (1992). *Usa government documents*. Recuperado el 02 de diciembre de 2013, de Temperature: <ftp://law.resource.org/us/cfr/ibr/002/apha.method.2550.1992.pdf>
- Ashby, M. F., & Jones, D. R. (2009). *Materiales para ingeniería 2: Introducción a la microestructura, el procesamiento y el diseño*. Barcelona: Reverte.
- ASTM. (2008). D 883 -9900 terminología estandar relativo a plasticos. *ASTM Internacional*.
- Barbiere, M. (2010). Bolsas plásticas, tipo camiseta para supermercadismo: Requisitos y métodos de ensayo. *IRAM*, 8.
- Barrientos, C. (septiembre de 2011). *Cuaderno Digital*. Recuperado el 11 de agosto de 2013, de Termoestables & Termoplasticos: <http://barrientos-10.blogspot.com/2011/09/termoestables-termoplasticos.html>
- Bashkin, V. N., & Radojevic, M. (2006). *Practical Environmental Analysis*. Londres: Royal Soc of Chemistry.
- Beltrán, M., & Marcilla, A. (2012). *Tecnología de los polímeros*. Recuperado el 05 de julio de 2013, de <http://es.scribd.com/doc/86149756/Tecnologia-de-polimeros-M-Beltran-y-A-Marcilla#download>
- Bermúdez, M. (01 de enero de 2010). *Contaminación y turismo sostenible*. Recuperado el 17 de febrero de 2014, de <http://galeon.com/mauriciobermudez/contaminacion.pdf>
- Bravo, N., & Saavedra, D. (26 de abril de 2007). Tesis universidad de Chile facultad de ciencias físicas y matemáticas. *Materiales eléctricos "el polietileno"*. Chile.
- Brown, B., & Cowan, M. (1991). *Química para ciencia e ingeniería*. México: Editorial continental.

- Carbajal, Á., & González, M. (2012). Propiedades y funciones biológicas del agua. En *Agua para la salud: pasado, presente y futuro* (págs. 66-69). Madrid.
- Castellón, H. (2010). *Plásticos oxo-biodegradables vs. Plásticos biodegradables*:: Recuperado el 19 de junio de 2013, de Plásticos oxo-biodegradables vs. Plásticos biodegradables:: http://files.udesprocesos.webnode.es/200000042-df18fe0252/1_HELLO_CASTELLON.pdf
- Cedeño, E., Chávez, M., & Palacios, M. (2007). Tesis ESPOL facultad de ciencias humanísticas y económicas. *Análisis tributario del sector industrial del plástico que fabrican fundas al vacío para la exportación y su efecto por tipo de contribuyente*. Guayaquil, Ecuador.
- Coello, V., & Garcés, C. (2012). Análisis de propiedades térmicas durante gelatinización en tres variedades de arroz INIAP aplicando el calorímetro diferencial de barrido (DSC). *Tesis ESPOL Facultad de Ingeniería en Mecánica y Ciencias de la Producción*. Guayaquil.
- Cornish, M. (1997). *El ABC de los plásticos*. Recuperado el 06 de junio de 2013, de El ABC de los plásticos: http://books.google.com.ec/books/about/El_ABC_de_los_pl%C3%A1sticos.html?id=QW8UyW9YO9QC&redir_esc=y
- Gallego, C., Icart, T., & Pulpón, A. M. (2006). *Elaboración y presentación de un proyecto de investigación y una tesina*. Barcelona: Edicions Universitat Barcelona.
- García, J., Hinojosa, O., & Cheryl, F. (2009). *Ciénega de Santa Clara programa integral de monitoreo*. México.
- González, D., Massimi, S., Medina, A., & Alinari, S. (julio de 2010). *Producción y Consumo Sustentable de Bolsas Plásticas*. Recuperado el 24 de octubre de 2013, de <http://www.industriasdelplastico.com/produccion-y-consumo-responsable.pdf>
- González, M. (23 de noviembre de 2010). *La Guía*. Recuperado el 15 de agosto de 2013, de Espectroscopia infrarroja: <http://quimica.laguia2000.com/conceptos-basicos/espectroscopia-infrarroja>
- Groover, M. P. (1997). *Fundamentos de Manufactura Mode*. México: Pearson Educación.

- Gualotuña, I. H., & Pupiales, M. L. (mayo de 2011). Diseño y simulación de una máquina para realizar el espiralado de tubos de cartón de 4 a 7 pulgadas de diámetro. *Tesis U.P.S Facultad de Ingenierías*. Quito.
- Guerrero, A. (septiembre de 2012). Tesis ESPE facultad de ciencias económicas, administrativas y de comercio. *Plan de fidelización de clientes dentro de la industria de vidrio templado de seguridad, en el distrito metropolitano de Quito, caso práctico: empresa "Induvit vidrio de seguridad securit S.A."* . Quito.
- Gutiérrez, M. y. (2009). *Química orgánica, aprende haciendo* (primera ed.). México: Pearson Educación.
- Gutiérrez, M., López, L., Arellano, L. M., & Ochoa, A. (2009). *Química orgánica, aprende haciendo* (primera ed.). México: Pearson Educación.
- Instituto Ecuatoriano de Estadística y Censos. (2012). *INEC*. Recuperado el 11 de octubre de 2013, de www.inec.gob.ec
- Instituto Nacional de Meteorología e Hidrología. (2012). *Anuarios Meteorológicos*. Quito, Ecuador.
- Kalpakjian, S., & Schmid, S. R. (2002). *Manufactura, ingeniería y tecnología*. México: Pearson educación.
- Leidenger, O. (1997). *Procesos industriales*. Perú: Fondo.
- Liberati, D. (2008). *Tapones sintéticos en enología, los materiales, métodos de producción, características técnicas*. Madrid: Mundi prensa.
- Lloréns, J. A. (1996). *Conocer Los Materiales: Ideas y Actividades para el Estudio de la Física, Química y Tecnología en la Educación Secundaria*. España: Ediciones de la Torre.
- López, C., & Balarezo, D. (2008). *El derecho humano al agua y a la justicia ambiental en Ecuador*. Recuperado el 7 de agosto de 2013, de <http://www.blueplanetproject.net/documents/RTW/RTW-Ecuador-1.pdf>
- Lovell, K. (1986). *Desarrollo de los conceptos básicos matemáticos y científicos en los niños*. Madrid: Ediciones Morata.
- Martínez, N., Grau, A., Chiralt, A., & Fito, P. (1998). *Termodinámica y cinética de sistemas alimento retorno*. Valencia: Univ. Politéc. Valencia.
- Mata, A. P. (2012). Tesis UDLA Facultad de Derecho. *Propuesta para la expedición de una ordenanza para el uso obligatorio de bolsas plásticas biodegradables en el Distrito Metropolitano de Quito*. Quito.

- Materials, A. S. (1980). Standard Terminology Relating to Plastics. *ASTM D 883-00*, 4.
- Pancorbo, F. J. (2011). *Corrosión, degradación y envejecimiento de los materiales empleados en la edificación*. Barcelona: Marcombo.
- Plastivida. (septiembre de 2007). Los Plásticos: su origen y su relación con el medio ambiente. *PLASTIVIDA*, 3-4. Obtenido de Los Plásticos: su origen y su relación con el medio ambiente.
- Polo, D., & Gómez, S. y. (2010). *Aplicaciones de nuevos complejos metalloceno en polimerización de olefinas*. Madrid: Dykinson.
- Portela, R. (2008). *Eliminación fotocatalítica de H₂S en aire mediante TiO₂ soportado sobre sustratos transparentes en el UV-A*. Univ Santiago de Compostela.
- Quiróz, F., Cadena, F., Sinche, L., Chango, I., & Aldás, M. (2009). Estudio de la degradación en polímeros oxo-biodegradables. *revista politécnica*, 179-190.
- Raichev, R., Veleva, L., & Valdez, B. (2009). En *Corrosión de metales y degradación de materiales: Principios y prácticas de laboratorio* (págs. 177-184). Baja California: editorial universitaria.
- Rodrigues, S. G. (2007). *Manual de evaluación de impacto ambiental de actividades rurales*. Montevideo, Uruguay: IICA.
- Rodríguez, J., Castro, L., & Del real, J. C. (2006). *Procesos industriales para materiales metálicos*. Madrid : Visión Libros.
- SENAGUA. (mayo de 2011). *Oferta y demanda hídrica en Ecuador*. Recuperado el 28 de septiembre de 2013, de Secretaría Nacional del Agua: http://www.eclac.org/deype/noticias/noticias/1/44071/senagua_oferta-demanda.pdf
- Severiche, C., Castillo, M., & Acevedo, R. (2013). Temperatura. En *Manual de métodos analíticos para la determinación de parámetros fisicoquímicos básicos en agua*. Carteganes de Indias: Fundación Universitaria Andaluza .
- Villareal, J. (2000). *Cucunubá: modelo para un desarrollo sostenible*. Colombia: Panamericana formas e impresos S.A.

GLOSARIO DE TÉRMINOS

Contaminación: presencia o incorporación al ambiente de sustancias o elementos tóxicos que son perjudiciales para el hombre o los ecosistemas (seres vivos) (Bermúdez, 2010, p. 5).

Degradación: cambio perjudicial en la estructura química, propiedades físicas, o apariencia de un plástico (ASTM, 2008, p. 5).

Infrarrojo: es un tipo de luz que no se puede ver con los ojos. Los ojos pueden solamente ver lo que se llama luz visible. La luz infrarroja brinda información especial que no se puede obtener de la luz visible. Muestra cuánto calor tiene alguna cosa y da información sobre la temperatura de un objeto (ASTM, 2008, p. 7).

Monómero: una sustancia de bajo peso molecular que consta de moléculas capaces de reaccionar con similares o distintas moléculas para formar un polímero (ASTM, 2008, p. 9).

Muestra: es el grupo de individuos que realmente se estudiarán, es un subconjunto de la población. Para que se pueda generalizar los resultados obtenidos, dicha muestra ha de ser representativa de la población. Para que sea representativa, se han de definir muy bien los criterios de inclusión y exclusión y sobre todo se han de utilizar las técnicas de muestreo apropiadas (Gallego, Icart, & Pulpón, 2006, p. 55).

Plástico: Los plásticos son sustancias químicas sintéticas denominadas polímeros, de estructura macromolecular que puede ser moldeada mediante calor o presión y cuyo componente principal es el carbono. Estos polímeros son grandes agrupaciones de monómeros unidos mediante un proceso químico llamado polimerización. Los plásticos proporcionan el balance necesario de propiedades que no pueden lograrse con otros materiales por ejemplo: color, poco peso, tacto agradable y resistencia a la degradación ambiental y biológica (ASTM, 2008, p. 9).

Plásticos biodegradables: son materiales plásticos completamente asimilables por los microorganismos presentes en un medio biológico activo, que lo utilizan como

alimento y fuente de energía. El carbono de la estructura de los plásticos debe convertirse completamente en dióxido de carbono (CO₂) durante la actividad microbiana (Castellón, 2010, p. 4).

Polimerización: reacción química en la que las moléculas de monómeros están unidos entre sí para formar polímeros (ASTM, 2008, p. 10).

Polímero: sustancia constituida por moléculas caracterizadas por la repetición de uno o más tipos de unidades monoméricas (ASTM, 2008, p. 10).

Temperatura: Es un parámetro físico que afecta mediciones de otros como pH, alcalinidad o conductividad. Las temperaturas elevadas resultantes de descargas de agua caliente, pueden tener un impacto ecológico significativo por lo que la medición de la temperatura del cuerpo receptor, resulta útil para evaluar los efectos sobre éste (Severiche, Castillo, & Acevedo, 2013, p. 26).

UNIDADES

°C	centígrados
mm	milímetros
mg	miligramos
Us/cm	microsiemens por centímetro
Km²	kilómetro cuadrado
m³	metro cúbico
cm	centímetro
cm⁻¹	centímetro a la menos uno
W	watt
M	metro
A	amperio
mg/l	miligramo por litro
L	litros
g/cm³	gramo por centímetro cúbico

Anexo 1: ASTM D6954 – 04 “Guía estándar para la exposición y prueba de plásticos se degradan en el Medio Ambiente por una combinación de oxidación y Biodegradación”.



Designation: D6954 – 04

Standard Guide for Exposing and Testing Plastics that Degrade in the Environment by a Combination of Oxidation and Biodegradation¹

This standard is issued under the fixed designation D6954; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reappraisal. A superscript epsilon (ϵ) indicates an editorial change since the last revision or reappraisal.

1. Scope

1.1 This guide provides a framework or road map to compare and rank the controlled laboratory rates of degradation and degree of physical property losses of polymers by thermal and photooxidation processes as well as the biodegradation and ecological impacts in defined applications and disposal environments after degradation. Disposal environments range from exposure in soil, landfill, and compost in which thermal oxidation may occur and land cover and agricultural use in which photooxidation may also occur.

1.2 In this guide, established ASTM International standards are used in three tiers for accelerating and measuring the loss in properties and molecular weight by both thermal and photooxidation processes and other abiotic processes (Tier 1), measuring biodegradation (Tier 2), and assessing ecological impact of the products from these processes (Tier 3).

1.3 The Tier 1 conditions selected for thermal oxidation and photooxidation accelerate the degradation likely to occur in a chosen application and disposal environment. The conditions should include a range of humidity or water concentrations based on the application and disposal environment in mind. The measured rate of degradation at typical oxidation temperatures is required to compare and rank the polymers being evaluated in that chosen application to reach a molecular weight that constitutes a demonstrable biodegradable residue (using ASTM International biometer tests for CO₂ evolution appropriate to the chosen environment). By way of example, accelerated oxidation data must be obtained at temperatures and humidity ranges typical in that chosen application and disposal environment, for example, in soil (20 to 30°C), landfill (20 to 35°C), and composting facilities (30 to 65°C). For applications in soils, local temperatures and humidity ranges must be considered as they vary widely with geography. At

least one temperature must be reasonably close to the end use or disposal temperature, but under no circumstances should this be more than 20°C away from the removed that temperature. It must also be established that the polymer does not undergo a phase change, such as glass transition temperature (T_g) within the temperature range of testing.

1.4 The residues resulting from the oxidations are then exposed to appropriate disposal or use environments in standard biometric test methods to measure the rate and degree of biodegradation (Tier 2).

1.5 The data generated under Tier 1 evaluation and the determined time for the biodegradation in the chosen environment (Tier 2) allow ranking relative to other polymers evaluated under similar environmental conditions with this guide. The degree and time for biodegradation should be consistent with ASTM International methods, and any residues from the intermediate oxidation stage and from biodegradation must be shown to be environmentally benign and not persistent (Tier 3).

NOTE 1—The intended use of this guide is for comparison and ranking of data to aid in the design and development and the reduction of environmental impacts of polymers that require no more than 24 months to oxidize and biodegrade in the intended use and disposal options and create no harmful or persistent residues under the appropriate disposal conditions (for example, two seasons of crop-growing conditions in soil).

1.6 It is cautioned that the results of any laboratory exposure in this guide cannot be directly extrapolated to actual disposal environments; confirmation to real world exposure is ultimately required as with all ASTM International standards.

1.7 The values stated in SI units are to be regarded as standard.

NOTE 2—There is no ISO standard that is the equivalent of this standard guide. Note this changed all subsequent Note numbers.

1.8 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory requirements prior to use.*

¹ This guide is under the jurisdiction of ASTM Committee D20 on Plastics and is the direct responsibility of Subcommittee D20.96 on Biodegradable Plastics and Biobased Products.

Current edition approved May 1, 2004. Published May 2004. DOI: 10.1520/D6954-04.



D6954 – 04

2. Referenced Documents

2.1 ASTM Standards:²

D883 Terminology Relating to Plastics

D3826 Practice for Determining Degradation End Point in Degradable Polyethylene and Polypropylene Using a Tensile Test

D3987 Test Method for Shake Extraction of Solid Waste with Water

D5071 Practice for Exposure of Photodegradable Plastics in a Xenon Arc Apparatus

D5208 Practice for Fluorescent Ultraviolet (UV) Exposure of Photodegradable Plastics

D5272 Practice for Outdoor Exposure Testing of Photodegradable Plastics

D5338 Test Method for Determining Aerobic Biodegradation of Plastic Materials Under Controlled Composting Conditions

D5510 Practice for Heat Aging of Oxidatively Degradable Plastics

D5526 Test Method for Determining Anaerobic Biodegradation of Plastic Materials Under Accelerated Landfill Conditions

D5951 Practice for Preparing Residual Solids Obtained After Biodegradability Standard Methods for Plastics in Solid Waste for Toxicity and Compost Quality Testing

D5988 Test Method for Determining Aerobic Biodegradation in Soil of Plastic Materials or Residual Plastic Materials After Composting

D6002 Guide for Assessing the Compostability of Environmentally Degradable Plastics

D6400 Specification for Compostable Plastics

E1440 Guide for Acute Toxicity Test with the Rotifer Brachionus

2.2 Other Standards:

EPA TITLE 40 CFA 40CFR62, 40CFR50-189, 40CFR260-299, 40CFR300-399, 700-799, and 49CFR100-180³

OECD Guideline 207 Earthworm, Acute Toxicity Tests⁴

OECD Guideline 208 Terrestrial Plants, Growth Tests⁴

ORCA Guidelines for the Evaluation of Feedstock for Source Separated Biowaste Composting and Biogasification⁵

3. Terminology

3.1 Definitions:

3.1.1 Definitions of most terms applicable to this guide appear in Terminology D883 and Guide D6002.

3.2 Definitions of Terms Specific to This Standard:

3.2.1 *environmental degradation of a plastic, n*—abiotic or biotic degradation process or both that occurs in a given

environment and includes photodegradation, oxidation, hydrolysis, and biodegradation. Living organisms effect biotic degradation processes and abiotic degradation processes are nonbiological in nature.

3.2.1.1 *Discussion*—Term not defined in Terminology D883.

3.2.2 *gels, n*—cross-linked polymer structures insoluble in solvents that do not break the primary or cross-linking bonds in the polymer. Cross-links created during oxobiodegradation of polymers are chemical bonds created by the degradation process, mostly carbon-carbon bonds, and thus extremely resistant to solvent degradation.⁶

3.2.3 *oxidation, n*—process promoted thermally or by irradiation in the presence of oxygen.

4. Summary of Guide

4.1 This guide may be used to compare and rank the rate and degree of thermal oxidative degradation of a plastic material relatively to a molecular weight range that can be established as biodegradable in a chosen environment. Subsequently, the biodegradation of these degraded polymers in diverse environments such as soil, compost, landfill, and water may be compared and ranked using standard biometric test methods and measuring carbon dioxide evolution.

NOTE 3—If composting is the designated disposal route, Specification D6400 is the only ultimate and definitive applicable specification for measuring biodegradation or compostability. Oxidation followed by biodegradation under the conditions found in this guide does not confer the designation “compostable” or any connotation that the applications are acceptable for composting in a commercial or municipal composting facility.

4.2 This guide uses a tiered criteria-based approach to assess the consecutive oxidation and biodegradability of plastic products and ecological impacts in defined applications. This is shown schematically in Section 6. Each tier in this guide includes objectives and a summary that presents test methods, method principles, test duration, and interpretation of results.

4.3 The tiered approach is chosen in the laboratory for convenient separation of oxidative degradation, biodegradation, and ecological impact stages even though in the real world all three are likely to be concurrent rather than consecutive.

4.4 Tiered Methodology:

4.4.1 Tier 1 measures the rate and extent of molecular weight loss resulting from oxidation that is indicative of losses in physical properties from oxidation. Tier 1 requires either accelerated testing or long-term testing over a range of relative humidity or amount of moisture. Accelerated testing must be performed under conditions and temperatures that are acceptably typical of the specific application and disposal environments under consideration. Practices D5208, D5510, and D5071 may be used to specify the oxidative conditions and Practice D3826 may be used to define the point of embrittlement.

NOTE 4—For measuring the extent of disintegration/fragmentation, a

⁶ Vollmert, B., *Polymer Chemistry*, Springer-Verlag, New York, 1973, p. 27, also pp. 543–561.

² For referenced ASTM standards, visit the ASTM website, www.astm.org, or contact ASTM Customer Service at service@astm.org. For Annual Book of ASTM Standards volume information, refer to the standard's Document Summary page on the ASTM website.

³ Available from United States Environmental Protection Association (EPA), Ariel Rios Bldg., 1200 Pennsylvania Ave., NW, Washington, DC 20460.

⁴ Available from OECD, 2 rue Andre Pascal, F-75775 Paris Cedex 16, France.

⁵ Available from ORCA, Avenue E. Mounier 83, Box 1, Brussels, Belgium B-1200.

sieve test is required. In this tier, the fragments are subjected to molecular weight analysis and a total mass balance is obtained in the process. Exposure temperatures may range from 20 to 70°C in the presence of air and specified moisture or water levels for selected periods of time. At least one temperature must be reasonably close to the end use or disposal temperature, but under no circumstances should this be more than 20°C away from that temperature. It must also be established that the polymer does not undergo a phase change, such as glass transition temperature (T_g) within the temperature range of testing. As an alternate degradation process, the test samples may be exposed to photooxidation in air as per Practices D5208 or D5071 and the mass change of the plastic recorded after exposure.

4.4.2 Tier 1 accelerated oxidation tests are not indicators of biodegradability and should not be used for the purpose of meeting the specifications as described in Specification D6400 and claiming compostability or biodegradation during composting. (If oxidation is thought to be sufficiently rapid in Tier 1, suggesting that composting may be a disposal environment, then Specification D6400 must be done and all the specifications in Section 6 (Detailed Requirements) must be met.

4.5 Gel Formation and Consequences During Oxidation Phase—Discussion:

4.5.1 Gel formation is a frequent side reaction of the oxidative degradation of polymers, especially polyolefins. Gels are cross-linked structures arising from the free radical nature of oxidative degradation. They are insoluble in nonreactive solvents, that is, solvents that do not break additional bonds. Normally, gels are not available to biodegradation. Some gels dissolve on further oxidative degradation and become available for ultimate biodegradation. However, the prooxidant (catalyst) may be excluded from the gel structure because of solubility changes in gel phase. In this case, the gel would become a nondegradable or very slowly degradable new fraction within the polymer. It is important to establish the extent of gel and its nature or permanence in the polymer residue and report these findings.

4.5.2 The purpose of Tier 2 is to estimate the biodegradability of all the fragmented products from Tier 1 under laboratory scale conditions appropriate to the application using current Test Methods D5988 and D5338. The entire material from the Tier 1 exposure is subjected to biodegradation testing. The percent biodegradation shall be calculated and reported as stated in the above referenced standards. The results from Tier 1 and Tier 2 shall be combined and used for comparison and ranking purposes between polymers of interest.

4.5.3 Tier 3 involves considerations of the ecological impacts in the final disposal medium such as soil, as in all biodegradation testing methods, which is basically a comparison of the test medium before and following oxidation and biodegradation.

5. Significance and Use

5.1 This guide is a sequential assembly of extant but unconnected standard tests and practices for the oxidation and biodegradation of plastics, which will permit the comparison and ranking of the overall rate of environmental degradation of plastics that require thermal or photooxidation to initiate degradation. Each degradation stage is independently evaluated to allow a combined evaluation of a polymer's environmental performance under a controlled laboratory setting. This

enables a laboratory assessment of its disposal performance in, soil, compost, landfill, and water and for use in agricultural products such as mulch film without detriment to that particular environment.

NOTE 5—For determining biodegradation rates under composting conditions, Specification D6400 is to be used, including test methods and conditions as specified.

5.2 The correlation of results from this guide to actual disposal environments (for example, agricultural mulch films, composting, or landfill applications) has not been determined, and as such, the results should be used only for comparative and ranking purposes.

5.3 The results of laboratory exposure cannot be directly extrapolated to estimate absolute rate of deterioration by the environment because the acceleration factor is material dependent and can be significantly different for each material and for different formulations of the same material. However, exposure of a similar material of known outdoor performance, a control, at the same time as the test specimens allows comparison of the durability relative to that of the control under the test conditions.

6. Procedures

6.1 Test sample selected to be in the thickness of the application form.

6.2 The tier testing procedure is outlined schematically in Fig. 1.

6.3 In Tier 1, the test sample is exposed to several discrete temperatures (one being within 20°C of the end use temperature) within the range of 20 to 70°C in the presence of specified levels of air and specified moisture or water levels for defined periods of time using the procedure apparatus and following the calculations in Practice D5510. The temperature ranges specified in Practice D5510, paragraphs 8.3.1 and 8.3.4 are not germane to this guide and need not be followed. For thin films, the exposure period would be the time required for the film to reach 5 % or less elongation to break (Practice D3826) and the fragmented film to reach a recorded average weight-average molecular weight (MW) of 5000 or less. The time at three different temperatures required (with the mentioned caveats) for molecular weight reduction should be established.

6.3.1 A sample from Tier 1 residue should be dissolved in an appropriate nonreactive solvent and the gel phase, if any, separated by filtration, the gel dried, and the amount of gel reported as weight fraction of total sample. This should be regarded as nondegradable fraction of polymer.

6.3.2 The gel may be subjected to further oxidative degradation and extent of subsequent reversion to soluble and degradable material reported.

6.3.3 The acceptable amount of gel will depend on the particular application and the maximum acceptable wt % gel written into specifications for the particular class of end uses.

NOTE 6—As a general guide, less than 5 % wt gel would seem acceptable (an amount chosen without scientific basis). Clearly, very large amounts of gel, say 30 % or more, would prevent the system from reaching 60 % CO_2 evolution. However, intermediate amounts, for example, a residue with 20 % gel, could exhibit an overall 60 % by generating in excess of 80 % CO_2 from the linear fragments and the gel fraction showing no CO_2 evolution.

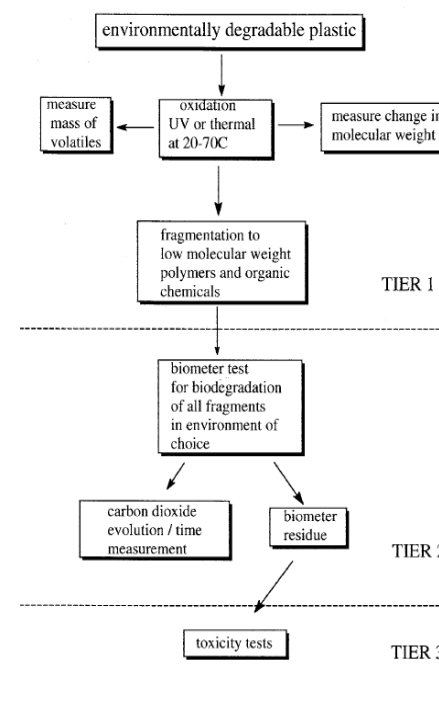


FIG. 1 Flow Schematic of the Guide

6.4 In Tier 1, the loss in weight of the sample is measured. The molecular weight and polydispersity index or tensile elongation (Practice D3826) of the samples before and after the exposure should be determined and recorded, along with % gel.

6.5 All of the fragment residues from Tier 1 should be collected and subjected to Tier 2 testing for rate and degree of biodegradation in the chosen use or disposal environment.

6.6 In Tier 2, after the test samples are exposed to the abiotic degradation process described in Tier 1, the entire test material should be subjected to biodegradation tests as per ASTM

International test methods for appropriate environments, Test Methods D5988, D5338, and D5526. The time profile of carbon dioxide evolution is recorded and the time to reach the appropriate thresholds are noted.

6.6.1 For products consisting of a single polymer (homopolymers or random copolymers), 60 % of the organic carbon must be converted to carbon dioxide before ending the test, and the gel content generated in Tier 1 must be no higher than 10 %.

Note 7—Testing may be continued to determine better the length of time the materials will take to biodegrade.

6.6.2 For products consisting of more than one polymer (block copolymers, segmented copolymers, blends, or addition of low molecular weight additives), 90 % of the organic carbon must be converted to carbon dioxide, before ending the test.

6.6.3 Alternately, a 90 % CO₂ evolution end point can be used to demonstrate that excessive amounts of gel have not been formed.

6.7 Tier 3 is endpoint specific in that it is focused on postdegradation analysis after completion of Tier 2 testing.

6.8 Standard methods for determining the biodegradation of plastics simulating solid waste treatment systems have been developed. In addition to the rate and degree of biodegradation, the impact of the biologically decomposed plastics on the quality of the compost, soil, and water is important, in particular with regard to any toxicity that the residual plastics may exhibit in the final end product, soil, or water. Therefore, the effects of residual plastics on toxicity need to be measured as well as the impact on the soil quality to evaluate the safety of biological aerobic or anaerobic degradation.

6.9 Test Method D5951 provides a guide for preparing residual solids from tests simulating conditions of solid material degradation for subsequent toxicity following biodegradation or compost testing. A summary of that preparation follows:

6.9.1 After biodegradation in the chosen environment, remove residual solids and mix the contents of each replicate vessel carefully. Continue mixing until the contents are mixed thoroughly. The resulting homogeneous mixture should have a uniform moisture content and appearance. Repeat the same procedure for positive reference and blank replicates.

6.9.2 Three subsamples are taken from the homogeneous mixture on which the dry solids are determined in accordance with APHA method 2540E.⁷

6.9.3 The rest of the mixture is dried at a temperature of 20 to 45°C until a dry solids content of 65 ± 2 % is reached. The dry solids content is determined after drying.

6.9.4 The dried mixtures can be stored for a maximum of four weeks at 4°C. The mixtures should be opened on a weekly basis to prevent slow accumulation of acids in the mixtures as a result of anaerobic conditions.

6.9.5 For the terrestrial toxicity tests and the determination of further biodegradation of the plastic materials in the soil, the final dried mixture at 65 % dry solids is used as is. For the aquatic toxicity tests, an extraction is performed in accordance with Test Method D3987.

6.9.6 Several methods have been developed for the determination of toxicological effects. A distinction can be made between aquatic toxicity tests and terrestrial toxicity tests. The following terrestrial and aquatic ecotoxicity tests are suggested for obtaining evidence regarding product effects on plant and animal life. In addition, compliance with respective national, state, and local regulatory requirements is also required. Soil or aquatic test material must be evaluated before and following

oxobiodegradation testing in Tier 2; heavy metals or other substances of concern must be determined directly on test material before degradation in order to verify that their concentration is within acceptable limits based on the Environmental Protection Agency (EPA) toxic materials list listed in 40CFR62, 40CFR150-189, 40CFR260-299, 40CFR300-399, 700-799, or 49CFR100-180. Finally, the soil or aquatic test material must be evaluated before and following oxobiodegradation testing for greater than two units of pH or greater than 30 % shift in the ability of the soil to hold and percolate water.

6.9.7 Aquatic toxicity test with Rotifer *brachionus* in accordance with Guide E1440. The test duration is one day.

6.9.8 *Plant Germination*—The potential effect of materials on plant germination may be assessed with the cress seed test. This step may be especially valuable for screening processing additives used at 1 % or less in the plastic. Soils from the above soil biodegradation testing may be evaluated at the beginning and end of the test to establish the potential effect of microbial degradation products. In the cress test, soil is extracted with water and filtered. The supernatant is used for the germination test. Various dilutions of the supernatant are prepared, and aliquots are added to petri dishes lined with filter paper. Cress seeds are placed on the wet paper and left to germinate in the dark over four days at room temperature. The percentage of germinated seeds is determined after four days and compared to a water control. Soils containing test materials should not be significantly different from the blank soil at 95 % confidence interval.

6.9.9 *Plant Growth Test as Described by OECD Guideline 208*—This procedure determines phytotoxicity by mixing the compost containing the material with soil. The plant emergence survival and growth is evaluated. Three plant species are generally tested. The test duration is approximately one month. The results from the biodegraded test soil material are compared to a soil control.

6.9.10 *Earthworm Test in Accordance with OECD Guideline 207*—This procedure determines possible toxicity by mixing the biodegraded material with a specified soil. The earthworm weight change and survival are measured. The results from test soil containing material are compared to soil controls.

7. Report

7.1 The reporting section must clearly and objectively include the proposed real world applications and disposal environments for which the plastic is being developed with indicated exposure and lifetime expectancies.

7.2 *Tier 1*—The report must identify the following:

7.2.1 Resin grade plus the commercial name of the formulation additive or percent of catalyst concentrations.

Note 8—Identification of test samples needs to be sufficient to inform readers of the commercial identification of the formulation and of the additives and their availability in the marketplace.

7.2.2 The proposed disposal medium or media for the plastic must be indicated with anticipated life expectancy noted.

7.2.3 The exposure conditions such as temperature, time, moisture, and oxygen concentrations need to be reported.

7.2.4 The exposure conditions and time of exposure (kJ/m²·nm at 340 nm) to radiation, if used, must be recorded.

7.2.5 Molecular weight and polydispersity index, tensile elongation, and percentage of gels of the samples before and after the indicated time for abiotic test exposure should be reported.

7.2.6 Complete mass balances are to be reported.

7.3 *Tier 2*—The report must state the following:

7.3.1 Extent of biodegradation (carbon dioxide evolution profile to plateau as per standards) and expressed as a percentage of total theoretical carbon balance.

7.3.2 Percentage of gel or other nondegradable fractions.

7.3.3 Volatiles produced by the oxidation process.

7.3.4 Temperature and moisture conditions.

7.3.5 Additions of inoculants and moisture and their timing and any additional mixing procedures.

7.4 Resulting data from Tier 1 combined with data from Tier 2 for comparison and ranking of polymers under test.

7.5 *Tier 3*—The report shall include the following:

7.5.1 Detailed description of preparation of material for testing.

7.5.2 Specific testing performed as described in 6.9 with particular emphasis on any deleterious effects of the soil or aquatic additive.

7.5.3 Regulated metal concentrations, pH, and ability to hold and percolate water before and following oxobiodegradation testing.

8. Keywords

8.1 biodegradation; ecotoxicity; environmental degradation; oxidation; photooxidation; thermal

BIBLIOGRAPHY

- (1) Arnaud, R., Dabin, P., Lemaire, J., Al-Malaika, S., Chohan, S., et al., "Photodegradation and Biodegradation of Commercial Photodegradable Polyethylenes," *Polym. Degrad. Stab.*, Vol 46, 1994, pp. 211-224.
- (2) Chiellini, E., Corti, A., and Swift, G., "Biodegradation of Thermally-Oxidized Fragmented LDPE Samples," *Polym. Degrad. Stab.*, Vol 81, 2003, pp. 341-351.
- (3) Grassie, N. and Scott, G., *Polymer Degradation and Stabilization*, Cambridge University Press, Cambridge, 1985.
- (4) Jakubowicz, L., "Evaluation of Degradability of Biodegradable Polyethylene," *Polym. Degrad. Stab.*, Vol 80, 2003, pp. 39-43.
- (5) Schuurmann, G. and Market, B., *Ecotoxicology—Ecological Fundamentals, Chemical Exposure, and Biological Effects*, ISBN 0-471-17644-3, John Wiley and Sons, New York, 1998.
- (6) Scott, G., "Abiotic Control of Polymer Biodegradation," *Trends in Polymer Science*, Vol 5, 1997, pp. 361-368.
- (7) Scott, G., *Atmospheric Oxidation and Antioxidants*, Elsevier, Amsterdam, 1965.
- (8) Scott, G. and Gilead, D., Eds., *Degradable Polymers: Principles and Applications*, 1st Edition, Chapman and Hall, London, 1995.
- (9) Scott, G., Ed., *Degradable Polymers: Principles and Applications*, 2nd Edition, Kluwer Academic Publishers, Dordrecht, 2002.
- (10) Stevens, E., *Green Plastics: An Introduction to the New Science of Biodegradable Plastics*, Princeton University Press, Princeton, NJ, November 2001.

ASTM International takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either approved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM International Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, at the address shown below.

This standard is copyrighted by ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States. Individual reprints (single or multiple copies) of this standard may be obtained by contacting ASTM at the above address or at 610-832-9585 (phone), 610-832-9555 (fax), or service@astm.org (e-mail); or through the ASTM website (www.astm.org).

⁷ Method 2540E in *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*, 19th edition, American Public Health Association, 800 I St., NW, Washington, DC 20001.

Anexo 2: “Método estándar de prueba para propiedades tensiles de láminas plásticas delgadas”.



Designation: D 882 – 02

Standard Test Method for Tensile Properties of Thin Plastic Sheeting¹

This standard is issued under the fixed designation D 882; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reappraisal. A superscript epsilon (ϵ) indicates an editorial change since the last revision or reappraisal.

These test methods have been approved for use by agencies of the Department of Defense to replace Method 1013 of Federal Test Method Standard 406.

1. Scope *

1.1 This test method covers the determination of tensile properties of plastics in the form of thin sheeting, including film (less than 1.0 mm (0.04 in.) in thickness).

NOTE 1—Film has been arbitrarily defined as sheeting having nominal thickness not greater than 0.25 mm (0.010 in.).

NOTE 2—Tensile properties of plastics 1.0 mm (0.04 in.) or greater in thickness shall be determined according to Test Method D 638.

1.2 This test method may be used to test all plastics within the thickness range described and the capacity of the machine employed.

1.2.1 *Static Weighing, Constant-Rate-of-Grip Separation Test*—This test method employs a constant rate of separation of the grips holding the ends of the test specimen.

1.3 Specimen extension may be measured in these test methods by grip separation, extension indicators, or displacement of gage marks.

1.4 A procedure for determining the tensile modulus of elasticity is included at one strain rate.

NOTE 3—The modulus determination is generally based on the use of grip separation as a measure of extension; however, the desirability of using extensometers, as described in 5.2, is recognized and provision for the use of such instrumentation is incorporated in the procedure.

1.5 Test data obtained by this test method is relevant and appropriate for use in engineering design.

1.6 The values stated in SI units are to be regarded as the standard. The values in parentheses are provided for information only.

1.7 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

NOTE 4—This test method is similar to ISO 527-3, but is not considered

¹ These test methods are under the jurisdiction of ASTM Committee D20 on Plastics and are the direct responsibility of Subcommittee D20.10 on Mechanical Properties.

Current edition approved April 10, 2002. Published June 2002. Originally published as D 882 – 46 T. Last previous edition D 882 – 01.

technically equivalent. ISO 527-3 allows for additional specimen configurations, specifies different test speeds, and requires an extensometer or gage marks on the specimen.

2. Referenced Documents

2.1 ASTM Standards:

D 618 Practice for Conditioning Plastics for Testing²

D 638 Test Method for Tensile Properties of Plastics²

D 4000 Classification System for Specifying Plastic Materials³

D 5947 Test Methods for Physical Dimensions of Solid Plastic Specimens⁴

D 6287 Practice for Cutting Film and Sheeting Test Specimens⁴

E 4 Practices for Force Verification of Testing Machines⁵

E 691 Practice for Conducting an Interlaboratory Study to Determine the Precision of a Test Method⁶

2.2 ISO Standard:

ISO 527-3 Plastics—Determination of Tensile Properties—Part 3: Test Conditions for Films and Sheets⁷

3. Terminology

3.1 *Definitions*—Definitions of terms and symbols relating to tension testing of plastics appear in the Annex to Test Method D 638.

3.1.1 *line grips*—grips having faces designed to concentrate the entire gripping force along a single line perpendicular to the direction of testing stress. This is usually done by combining one standard flat face and an opposing face from which protrudes a half-round.

3.1.2 *tear failure*—a tensile failure characterized by fracture initiating at one edge of the specimen and progressing across the specimen at a rate slow enough to produce an anomalous load-deformation curve.

² Annual Book of ASTM Standards, Vol 08.01.

³ Annual Book of ASTM Standards, Vol 08.02.

⁴ Annual Book of ASTM Standards, Vol 08.03.

⁵ Annual Book of ASTM Standards, Vol 03.01.

⁶ Annual Book of ASTM Standards, Vol 14.02.

⁷ Available from American National Standards Institute, 25 W. 43rd St., 4th Floor, New York, NY 10036.

*A Summary of Changes section appears at the end of this standard.

Copyright © ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2050, United States.



D 882

4. Significance and Use

4.1 Tensile properties determined by this test method are of value for the identification and characterization of materials for control and specification purposes. Tensile properties may vary with specimen thickness, method of preparation, speed of testing, type of grips used, and manner of measuring extension. Consequently, where precise comparative results are desired, these factors must be carefully controlled. This test method shall be used for referee purposes, unless otherwise indicated in particular material specifications. For many materials, there may be a specification that requires the use of this test method, but with some procedural modifications that take precedence when adhering to the specification. Therefore, it is advisable to refer to that material specification before using this test method. Table 1 in Classification D 4000 lists the ASTM materials standards that currently exist.

4.2 Tensile properties may be utilized to provide data for research and development and engineering design as well as quality control and specification. However, data from such tests cannot be considered significant for applications differing widely from the load-time scale of the test employed.

4.3 The tensile modulus of elasticity is an index of the stiffness of thin plastic sheeting. The reproducibility of test results is good when precise control is maintained over all test conditions. When different materials are being compared for stiffness, specimens of identical dimensions must be employed.

4.4 The tensile energy to break (TEB) is the total energy absorbed per unit volume of the specimen up to the point of rupture. In some texts this property has been referred to as *toughness*. It is used to evaluate materials that may be subjected to heavy abuse or that might stall web transport equipment in the event of a machine malfunction in end-use applications. However, the rate of strain, specimen parameters, and especially flaws may cause large variations in the results. In that sense, caution is advised in utilizing TEB test results for end-use design applications.

4.5 Materials that fail by tearing give anomalous data which cannot be compared with those from normal failure.

5. Apparatus

5.1 *Testing Machine*—A testing machine of the constant rate-of-crosshead-movement type and comprising essentially the following:

5.1.1 *Fixed Member*—A fixed or essentially stationary member carrying one grip.

5.1.2 *Movable Member*—A movable member carrying a second grip.

5.1.3 *Grips*—A set of grips for holding the test specimen between the fixed member and the movable member of the testing machine, grips can be either the fixed or self-aligning type. In either case, the gripping system must minimize both slippage and uneven stress distribution.

5.1.3.1 Fixed grips are rigidly attached to the fixed and movable members of the testing machine. When this type of grip is used, care must be taken to ensure that the test specimen is inserted and clamped so that the long axis of the test specimen coincides with the direction of pull through the center line of the grip assembly.

5.1.3.2 Self-aligning grips are attached to the fixed and movable members of the testing machine in such a manner that they will move freely into alignment as soon as a load is applied so that the long axis of the test specimen will coincide with the direction of the applied pull through the center line of the grip assembly. The specimens should be aligned as perfectly as possible with the direction of pull so that no rotary motion that may induce slippage will occur in the grips; there is a limit to the amount of misalignment self-aligning grips will accommodate.

5.1.3.3 The test specimen shall be held in such a way that slippage relative to the grips is prevented insofar as possible. Grips lined with thin rubber, crocus-cloth, or pressure-sensitive tape as well as file-faced or serrated grips have been successfully used for many materials. The choice of grip surface will depend on the material tested, thickness, etc. Line grips padded on the round face with 1.0 mm (40 nail) blotting paper or filter paper have been found superior. Air-actuated grips have been found advantageous, particularly in the case of materials that tend to “neck” into the grips, since pressure is maintained at all times. In cases where samples frequently fail at the edge of the grips, it may be advantageous to increase slightly the radius of curvature of the edges where the grips come in contact with the test area of the specimen.

5.1.4 *Drive Mechanism*—A drive mechanism for imparting to the movable member a uniform, controlled velocity with respect to the stationary member. The velocity shall be regulated as specified in Section 9.

5.1.5 *Load Indicator*—A suitable load-indicating mechanism capable of showing the total tensile load carried by the test specimen held by the grips. This mechanism shall be essentially free of inertial lag at the specified rate of testing (see Note 5). Unless a suitable extensometer is used (see 5.2), the motion of the weighing system shall not exceed 2 % of the specimen extension within the range being measured. The load indicator shall determine the tensile load applied to the specimen with an accuracy of ± 1 % of the indicated value, or better. The accuracy of the testing machine shall be verified in accordance with Practices E 4.

5.1.6 *Crosshead Extension Indicator*—A suitable extension-indicating mechanism capable of showing the amount of change in the separation of the grips, that is, crosshead movement. This mechanism shall be essentially free of inertial lag at the specified rate of testing (see Note 5) and shall indicate the crosshead movement with an accuracy of ± 1 % of the indicated value, or better.

5.2 *Extensometer (Optional)*—A suitable instrument may, if desired, be used for determining the distance between two designated points on the test specimen as the specimen is stretched. This apparatus, if employed, shall be so designed as to minimize stress on the specimen at the contact points of the specimen and the instrument (see 8.3). It is desirable that this instrument automatically record the distance, or any change in it, as a function of the load on the test specimen or of the elapsed time from the start of the test, or both. If only the latter is obtained, load-time data must also be taken. This instrument must be essentially free of inertial lag at the specified speed of testing (see Note 5).

5.2.1 Modulus of Elasticity and Low-Extension Measurements—Extensometers used for modulus of elasticity and low-extension (less than 20 % elongation) measurements shall, at a minimum, be accurate to $\pm 1\%$ and comply with the requirements set forth in Practice E 83 for a Class C instrument.

5.2.2 High-Extension Measurements—Instrumentation and measuring techniques used for high-extension (20 % elongation or greater) measurements shall be accurate to $\pm 10\%$ of the indicated value, or better.

NOTE 5—A sufficiently high response speed in the indicating and recording system for the load and extension data is essential. The response speed required of the system will depend in part on the material tested (high or low elongation) and the rate of straining.

5.3 Thickness Gage—A dead-weight dial micrometer as prescribed in Method C of Test Methods D 5947, or an equivalent measuring device, reading to 0.0025 mm (0.0001 in.) or less.

5.4 Width-Measuring Devices—Suitable test scales or other width measuring devices capable of measuring 0.25 mm (0.010 in.) or less.

5.5 Specimen Cutter—For the apparatus and techniques for cutting film and sheeting used in this test method, refer to Practice D 6287.

5.5.1 Devices that use razor blades have proven especially suitable for materials having an elongation-at-fracture above 10 to 20 %.

5.5.2 The use of punch press or striking dies are not recommended because poor and inconsistent specimen edges may be produced.

6. Test Specimens

6.1 The test specimens shall consist of strips of uniform width and thickness at least 50 mm (2 in.) longer than the grip separation used.

6.2 The nominal width of the specimens shall be not less than 5.0 mm (0.20 in.) or greater than 25.4 mm (1.0 in.).

6.3 A width-thickness ratio of at least eight shall be used. Narrow specimens magnify effects of edge strains or flaws, or both.

6.4 The utmost care shall be exercised in cutting specimens to prevent nicks and tears which are likely to cause premature failures (Note 6). The edges shall be parallel to within 5 % of the width over the length of the specimen between the grips.

NOTE 6—Microscopical examination of specimens may be used to detect flaws due to sample or specimen preparation.

6.5 Wherever possible, the test specimens shall be selected so that thickness is uniform to within 10 % of the thickness over the length of the specimen between the grips in the case of materials 0.25 mm (0.010 in.) or less in thickness and to within 5 % in the case of materials greater than 0.25 mm (0.010 in.) in thickness but less than 1.00 mm (0.040 in.) in thickness.

NOTE 7—In cases where thickness variations are in excess of those recommended in 6.5, results may not be characteristic of the material under test.

6.6 If the material is suspected of being anisotropic, two sets of test specimens shall be prepared having their long axes respectively parallel with and normal to the suspected direction of anisotropy.

6.7 For tensile modulus of elasticity determinations, a specimen gage length of 250 mm (10 in.) shall be considered as standard. This length is used in order to minimize the effects of grip slippage on test results. When this length is not feasible, test sections as short as 100 mm (4 in.) may be used if it has been shown that results are not appreciably affected. However, the 250-mm gage length shall be used for referee purposes. The speed of testing of shorter specimens must be adjusted in order for the strain rate to be equivalent to that of the standard specimen.

NOTE 8—Two round robin tests⁸ have shown that, for materials of less than 0.25-mm (10-mil) thickness, line grips padded on the round side with 1.0-mm (40-mil) blotting paper give the same results with a 100-mm test section as a 250-mm test section produces with flat-face grips.

NOTE 9—Excessive jaw slippage becomes increasingly difficult to overcome in cases where high modulus materials are tested in thicknesses greater than 0.25 mm (0.010 in.).

7. Conditioning

7.1 Conditioning—Condition the test specimens at $23 \pm 2^\circ\text{C}$ ($73.4 \pm 3.6^\circ\text{F}$) and $50 \pm 5\%$ relative humidity for not less than 40 h prior to test in accordance with Procedure A of Practice D 618 unless otherwise specified by contract or the relevant ASTM material specification. Reference pre-test conditioning, to settle disagreements, shall apply tolerances of $\pm 1^\circ\text{C}$ (1.8°F) and $\pm 2\%$ relative humidity.

7.2 Test Conditions—Conduct the tests at $23 \pm 2^\circ\text{C}$ ($73.4 \pm 3.6^\circ\text{F}$) and $50 \pm 5\%$ relative humidity unless otherwise specified by contract or the relevant ASTM material specification. Reference testing conditions, to settle disagreements, shall apply tolerances of $\pm 1^\circ\text{C}$ (1.8°F) and $\pm 2\%$ relative humidity.

8. Number of Test Specimens

8.1 In the case of isotropic materials, at least five specimens shall be tested from each sample.

8.2 In the case of anisotropic materials, at least ten specimens, five normal and five parallel with the principal axis of anisotropy, shall be tested from each sample.

8.3 Specimens that fail at some obvious flaw or that fail outside the gage length shall be discarded and retests made, unless such flaws or conditions constitute a variable whose effect is being studied. However, jaw breaks (failures at the grip contact point) are acceptable if it has been shown that results from such tests are in essential agreement with values obtained from breaks occurring within the gage length.

NOTE 10—In the case of some materials, examination of specimens, prior to and following testing, under crossed optical polarizers (polarizing films) provides a useful means of detecting flaws which may be, or are, responsible for premature failure.

⁸ Supporting data are available from ASTM Headquarters. Request RR: D20-1058.

9. Speed of Testing

9.1 The speed of testing is the rate of separation of the two members (or grips) of the testing machine when running idle (under no load). This rate of separation shall be maintained within 5 % of the no-load value when running under full-capacity load.

9.2 The speed of testing shall be calculated from the required initial strain rate as specified in Table 1. The rate of grip separation may be determined for the purpose of these test methods from the initial strain rate as follows:

$$A = BC \quad (1)$$

where:

A = rate of grip separation, mm (or in.)/min,
 B = initial distance between grips, mm (or in.), and
 C = initial strain rate, mm/mm-min (or in./in. min).

9.3 The initial strain rate shall be as in Table 1 unless otherwise indicated by the specification for the material being tested.

NOTE 11—Results obtained at different initial strain rates are not comparable; consequently, where direct comparisons between materials in various elongation classes are required, a single initial strain rate should be used. For some materials it may be advisable to select the strain rates on the basis of percent elongation at yield.

9.4 In cases where conflicting material classification, as determined by percent elongation at break values, results in a choice of strain rates, the lower rate shall be used.

9.5 If modulus values are being determined, separate specimens shall be used whenever strain rates and specimen dimensions are not the same as those employed in the test for other tensile properties.

10. Procedure

10.1 Select a load range such that specimen failure occurs within its upper two thirds. A few trial runs may be necessary to select a proper combination of load range and specimen width.

10.2 Measure the cross-sectional area of the specimen at several points along its length. Measure the width to an accuracy of 0.25 mm (0.010 in.) or better. Measure the thickness to an accuracy of 0.0025 mm (0.0001 in.) or better for films less than 0.25 mm (0.010 in.) in thickness and to an accuracy of 1 % or better for films greater than 0.25 mm (0.010 in.) but less than 1.0 mm (0.040 in.) in thickness.

10.3 Set the initial grip separation in accordance with Table 1.

10.4 Set the rate of grip separation to give the desired strain rate, based on the initial distance between the grips, in

accordance with Table 1. Zero the calibrated load weighing system, extension indicator(s) and recording system.

NOTE 12—Extensometers may be used for modulus of elasticity determinations with the expectation of obtaining more accurate values than may be obtained using grip separation as the effective gage length. Precautions should be taken to ensure that extensometer slippage and undue stressing of the specimen do not occur. Refer also to 6.7.

10.5 In cases where it is desired to measure a test section other than the total length between the grips, mark the ends of the desired test section with a soft, fine wax crayon or with ink. Do not scratch these marks onto the surface since such scratches may act as stress raisers and cause premature specimen failure. Extensometers may be used if available; in this case, the test section will be defined by the contact points of the extensometer.

NOTE 13—Measurement of a specific test section is necessary with some materials having high elongation. As the specimen elongates, the accompanying reduction in area results in a loosening of material at the inside edge of the grips. This reduction and loosening moves back into the grips as further elongation and reduction in area takes place. In effect, this causes problems similar to grip slippage, that is, exaggerates measured extension.

10.6 Place the test specimen in the grips of the testing machine, taking care to align the long axis of the specimen with an imaginary line joining the points of attachment of the grips to the machine. Tighten the grips evenly and firmly to the degree necessary to minimize slipping of the specimen during test.

10.7 Start the machine and record load versus extension.

10.7.1 When the total length between the grips is used as the test area, record load versus grip separation.

10.7.2 When a specific test area has been marked on the specimen, follow the displacement of the edge boundary lines with respect to each other with dividers or some other suitable device. If a load-extension curve is desired, plot various extensions versus corresponding loads sustained, as measured by the load indicator.

10.7.3 When an extensometer is used, record load versus extension of the test area measured by the extensometer.

10.8 If modulus values are being determined, select a load range and chart rate to produce a load-extension curve of between 30 and 60° to the X-axis. For maximum accuracy, use the most sensitive load scale for which this condition can be met. The test may be discontinued when the load-extension curve deviates from linearity.

10.9 In the case of materials being evaluated for secant modulus, the test may be discontinued when the specified extension has been reached.

TABLE 1 Crosshead Speeds and Initial Grip Separation

Percent Elongation at Break	Initial Strain Rate, mm/mm·min (in./in.·min)	Initial Grip Separation		Rate of Grip Separation	
		mm	in.	mm/min	in./min
		Modulus of Elasticity Determination			
	0.1	250	10	25	1.0
	Determinations other than Elastic Modulus				
Less than 20	0.1	125	5	12.5	0.5
20 to 100	0.5	100	4	50	2.0
Greater than 100	10.0	50	2	500	20.0

10.10 If tensile energy to break is being determined, some provision must be made for integration of the stress-strain curve. This may be either an electronic integration during the test or a subsequent determination from the area of the finished stress-strain curve (see Annex A2).

11. Calculation

11.1 Toe compensation shall be made in accordance with Annex A1 unless it can be shown that the toe region of the curve is not due to the takeup of slack, seating of the specimen, or other artifact, but rather is an authentic material response.

11.2 *Breaking Factor* (nominal) shall be calculated by dividing the maximum load by the original minimum width of the specimen. The result shall be expressed in force per unit of width, usually newtons per metre (or pounds per inch) of width, and reported to three significant figures. The thickness of the film shall always be stated to the nearest 0.0025 mm (0.0001 in.).

Example—Breaking Factor = 1.75 kN/m (10.0 lbf/in.) of width for 0.1300-mm (0.0051-in.) thickness.

NOTE 14—This method of reporting is useful for very thin films (0.13 mm (0.005 in.) and less) for which breaking load may not be proportional to cross-sectional area and whose thickness may be difficult to determine with precision. Furthermore, films which are in effect laminar due to orientation, skin effects, nonuniform crystallinity, etc., have tensile properties disproportionate to cross-sectional area.

11.3 *Tensile Strength* (nominal) shall be calculated by dividing the maximum load by the original minimum cross-sectional area of the specimen. The result shall be expressed in force per unit area, usually megapascals (or pounds-force per square inch). This value shall be reported to three significant figures.

NOTE 15—When tear failure occurs, so indicate and calculate results based on load and elongation at which tear initiates, as reflected in the load-deformation curve.

11.4 *Tensile Strength at Break* (nominal) shall be calculated in the same way as the tensile strength except that the load at break shall be used in place of the maximum load (Note 15 and Note 16).

NOTE 16—In many cases tensile strength and tensile strength at break are identical.

11.5 *Percent Elongation at Break* shall be calculated by dividing the extension at the moment of rupture of the specimen by the initial gage length of the specimen and multiplying by 100. When gage marks or extensometers are used to define a specific test section, only this length shall be used in the calculation; otherwise the distance between the grips shall be used. The result shall be expressed in percent and reported to two significant figures (Note 15).

11.6 *Yield Strength*, where applicable, shall be calculated by dividing the load at the yield point by the original minimum cross-sectional area of the specimen. The result shall be expressed in force per unit area, usually megapascals (or pounds-force per square inch). This value shall be reported to three significant figures. Alternatively, for materials that exhibit Hookean behavior in the initial part of the curve, an offset yield strength may be obtained as described in the Appendix of Test

Method D 638. In this case the value should be given as “yield strength at —% offset.”

11.7 *Percent Elongation at Yield*, where applicable, shall be calculated by dividing the extension at the yield point by the initial gage length of specimen and multiplying by 100. When gage marks or extensometers are used to define a specific test section, only this length shall be used in the calculation. Before calculating, correct the extension for “toe compensation” as described in Annex A1. The results shall be expressed in percent and reported to two significant figures. When offset yield strength is used, the elongation at the offset yield strength may be calculated.

11.8 *Elastic Modulus* shall be calculated by drawing a tangent to the initial linear portion of the load-extension curve, selecting any point on this tangent, and dividing the tensile stress by the corresponding strain. Before calculating, correct the extension for “toe compensation” as described in Annex A1. For purposes of this determination, the tensile stress shall be calculated by dividing the load by the average original cross section of the test section. The result shall be expressed in force per unit area, usually megapascals (or pounds-force per square inch), and reported to three significant figures.

11.9 *Secant Modulus*, at a designated strain, shall be calculated by dividing the corresponding stress (nominal) by the designated strain. Elastic modulus values are preferable and shall be calculated whenever possible. However, for materials where no proportionality is evident, the secant value shall be calculated. Draw the tangent as directed in A1.3 and Fig. A1.2 of Annex A1, and mark off the designated strain from the yield point where the tangent line goes through zero stress. The stress to be used in the calculation is then determined by dividing the load at the designated strain on the load-extension curve by the original average cross-sectional area of the specimen.

11.10 *Tensile Energy to Break*, where applicable, shall be calculated by integrating the energy per unit volume under the stress-strain curve or by integrating the total energy absorbed and dividing it by the volume of the original gage region of the specimen. As indicated in Annex A2, this may be done directly during the test by an electronic integrator, or subsequently by computation from the area of the plotted curve. The result shall be expressed in energy per unit volume, usually in megajoules per cubic metre (or inch-pounds-force per cubic inch). This value shall be reported to two significant figures.

11.11 For each series of tests, the arithmetic mean of all values obtained shall be calculated to the proper number of significant figures.

11.12 The standard deviation (estimated) shall be calculated as follows and reported to two significant figures:

$$s = \sqrt{(\sum X^2 - n\bar{X}^2)/(n-1)} \quad (2)$$

where:

s = estimated standard deviation,
 \bar{X} = value of a single observation,
 n = number of observations, and
 \bar{X} = arithmetic mean of the set of observations.

12. Report

12.1 Report the following information:

- 12.1.1 Complete identification of the material tested, including type, source, manufacturer's code number, form, principal dimensions, previous history, and orientation of samples with respect to anisotropy (if any).
- 12.1.2 Method of preparing test specimens.
- 12.1.3 Thickness, width, and length of test specimens.
- 12.1.4 Number of specimens tested.
- 12.1.5 Strain rate employed.
- 12.1.6 Grip separation (initial).

TABLE 2 Precision Data for Modulus

Material	Thickness, mils	Tangent Modulus			
		Average, 10 ³ psi	$S_{\bar{x}}$, 10 ³ psi	$S_{\bar{x}}$, 10 ³ psi	$I_{\bar{x}}$, 10 ³ psi
LDPE	1.4	53.9	1.81	8.81	5.12
HDPE	1.6	191	5.47	16.2	15.5
PP	1.1	425	10.3	31.5	29.0
PET	0.9	672	13.8	55.5	39.1
		Secant Modulus			
		Average, 10 ³ psi	$S_{\bar{x}}$, 10 ³ psi	$S_{\bar{x}}$, 10 ³ psi	$I_{\bar{x}}$, 10 ³ psi
LDPE	1.4	45.0	2.11	3.43	5.98
HDPE	1.6	150	3.29	9.58	9.30
PP	1.1	372	4.66	26.5	13.2
PET	0.9	640	10.0	27.5	28.4

- 12.1.7 Crosshead speed (rate of grip separation).
- 12.1.8 Gage length (if different from grip separation).
- 12.1.9 Type of grips used, including facing (if any).
- 12.1.10 Conditioning procedure (test conditions, temperature, and relative humidity if nonstandard).
- 12.1.11 Anomalous behavior such as tear failure and failure at a grip.
- 12.1.12 Average breaking factor and standard deviation.
- 12.1.13 Average tensile strength (nominal) and standard deviation.
- 12.1.14 Average tensile strength at break (nominal) and standard deviation.
- 12.1.15 Average percent elongation at break and standard deviation.
- 12.1.16 Where applicable, average tensile energy to break and standard deviation.
- 12.1.17 In the case of materials exhibiting “yield” phenomenon: average yield strength and standard deviation; and average percent elongation at yield and standard deviation.
- 12.1.18 For materials which do not exhibit a yield point: average —% offset yield strength and standard deviation; and average percent elongation at —% offset yield strength and standard deviation.
- 12.1.19 Average modulus of elasticity and standard deviation (if secant modulus is used, so indicate and report strain at which calculated), and
- 12.1.20 When an extensometer is employed, so indicate.

13. Precision and Bias

13.1 Two interlaboratory tests have been run for these tensile properties. The first was run for modulus only, in 1977, in which randomly drawn samples of four thin (~0.025 mm (0.001-in.)) materials were tested with five specimens in each laboratory. Elastic (tangent) modulus measurements were made by six laboratories, and secant (1 %) modulus measure-

ments were taken by five laboratories. The relative precision obtained in this interlaboratory study is in Table 2.

13.1.1 In deriving the estimates in Table 2, statistical outliers were not removed, in keeping with Practice E 691.⁹

13.1.2 The within-lab standard deviation of a mean value, $S_{\bar{x}}$, in each case was determined from the standard deviation, $S_{\bar{x}}$, of the five individual specimens as follows: $S_{\bar{x}} = S_{\bar{x}}/(5)^{1/2}$. The $S_{\bar{x}}$ values were pooled among laboratories for a given material to obtain the within-lab standard deviation, $S_{\bar{x}}$, of a

test result (mean of five specimens). See 13.3.13.3.2 for definitions of terms in the tables.

13.2 An interlaboratory test was run for all the other tensile properties except modulus in 1981, in which randomly drawn samples of six materials (one of these in three thicknesses) ranging in thickness from 0.019 to 0.178 mm (0.00075 to 0.007 in.) were tested in seven laboratories. A test result was defined as the mean of five specimen determinations. However, each laboratory tested eight specimens, and the $S_{\bar{x}}$ was determined from $S_{\bar{x}} = S_{\bar{x}}/(5)^{1/2}$ as above. This was done to improve the quality of the statistics while maintaining their applicability to a five-specimen test result. The materials and their thicknesses are identified in Tables 3-7, each of which contain data for one of the following properties: tensile yield stress, yield elongation, tensile strength, tensile elongation at break, and tensile energy at break (see Note 17).¹⁰

NOTE 17—Subsequent to filing the research report, examination of the LDPE used in this study between crossed polarizers revealed lengthwise lines representing substantial widthwise variation in molecular orientation that probably was not successfully randomized out of the between-labs component of variance.

NOTE 18—Caution: The following explanations of $I_{\bar{x}}$ and $I_{\bar{x}}$ (13.3-13.3.3) are only intended to present a meaningful way of considering the *Approximate* precision of this test method. The data in Table 2 should not be rigorously applied to the acceptance or rejection of material, as those data are specific to the round robin and may not be representative of other lots, conditions, materials, or laboratories. Users of this test method should apply the principles outlined in Practice E 691 to generate data specific to their laboratory and materials, or between specific laboratories. The principles of 13.3-13.3.3 would then be valid for such data.

⁹ Supporting data are available from ASTM Headquarters. Request RR: D20-1084.

¹⁰ Supporting data are available from ASTM Headquarters. Request RR: D20-1101.

TABLE 3 Precision Data for Yield Stress

Material	Thickness, mils	Average, 10^3 psi	$(S_r)^A$ 10^3 psi	$(S_{Re})^B$ 10^3 psi	$(\bar{r})^C$ 10^3 psi	$(\bar{R})^D$ 10^3 psi
LDPE	1.0	1.49	0.051	0.13	0.14	0.37
HDPE	1.0	4.33	0.084	0.16	0.24	0.44
PP	0.75	6.40	0.13	0.52	0.37	1.46
PC	4.0	8.59	0.072	0.29	0.20	0.82
CTA	5.3	11.4	0.12	0.50	0.34	1.43
PET	4.0	14.3	0.12	0.23	0.34	0.66
PET	2.5	14.4	0.14	0.54	0.40	1.52
PET	7.0	14.4	0.13	0.36	0.37	1.03

^A S_r is the within-laboratory standard deviation of the average.
^B S_{Re} is the between-laboratories standard deviation of the average.
^C $\bar{r} = 2.83 S_r$
^D $\bar{R} = 2.83 S_{Re}$

TABLE 4 Precision Data for Yield Elongation

Material	Thickness, mils	Average, %	$(S_r)^A$, %	$(S_{Re})^B$, %	$(\bar{r})^C$, %	$(\bar{R})^D$, %
PP	0.75	3.5	0.15	0.41	0.42	1.2
PET	2.5	5.2	0.26	0.92	0.74	2.6
PET	4.0	5.3	0.25	0.60	0.71	1.7
PET	7.0	5.4	0.14	1.05	0.40	3.0
CTA	5.3	5.4	0.19	0.99	0.54	2.8
PC	4.0	6.9	0.24	0.98	0.68	2.8
HDPE	1.0	6.8	0.32	1.82	0.91	5.2
LDPE	1.0	10.0	0.55	3.41	1.56	9.6

NOTE 1—See Table 3 for footnote explanation.

TABLE 5 Precision Data for Tensile Strength

Material	Thickness, mils	Average, 10^3 psi	$(S_r)^A$ 10^3 psi	$(S_{Re})^B$ 10^3 psi	$(\bar{r})^C$ 10^3 psi	$(\bar{R})^D$ 10^3 psi
LDPE	1.0	3.42	0.14	0.53	0.40	1.5
HDPE	1.0	6.87	0.27	0.81	0.76	2.3
PC	4.0	12.0	0.34	0.93	0.96	2.6
CTA	5.3	14.6	0.20	1.37	0.57	3.9
PP	0.75	28.4	1.57	4.56	4.4	12.9
PET	4.0	28.9	0.65	1.27	1.8	3.6
PET	7.0	30.3	0.83	1.32	2.3	3.7
PET	2.5	30.6	1.22	2.64	3.4	7.5

NOTE 1—See Table 3 for footnote explanation.

TABLE 6 Precision Data for Elongation at Break

Material	Thickness, mils	Average, %	$(S_r)^A$, %	$(S_{Re})^B$, %	$(\bar{r})^C$, %	$(\bar{R})^D$, %
CTA	5.3	26.4	1.0	4.3	3	12
PP	0.75	57.8	4.4	12.7	12	36
PET	2.5	120	8.0	14.6	23	41
PET	7.0	132	5.8	10.6	16	30
PET	4.0	134	4.4	12.2	12	35
PC	4.0	155	5.4	17.1	15	48
LDPE	1.0	205	24.4	73.3	69	210
HDPE	1.0	570	26.0	91.7	74	260

NOTE 1—See Table 3 for footnote explanation.

13.3 For the purpose of compiling summary statistics, a test result has been defined to be the average of five replicate measurements of a property for a material in a laboratory, as specified in this test method. Summary statistics are given in Table 3. In each table, for the material indicated, $S(r)$ is the pooled within-laboratory standard deviation of a test result, $S(R)$ is the between-laboratory standard deviation of a test result, where r equals $2.83 \times S(r)$ (see 13.3.1) and R equals $2.83 \times S(R)$ (see 13.3.2).

13.3.1 *Repeatability, I_r* (Comparing two test results for the same material, obtained by the same operator using the same equipment on the same day)—The two test results should be judged not equivalent if they differ by more than the I_r value for that material.

13.3.2 *Reproducibility*—In comparing two mean values for the same material obtained by different operators using different equipment on different days, either in the same

TABLE 7 Precision Data for Tensile Energy to Break

Material	Thickness, mils	Average, 10^3 in./in. ²	$(S_r)^A$ 10^3 in./in. ²	$(S_{Re})^B$ 10^3 in./in. ²	$(\bar{r})^C$ 10^3 in./in. ²	$(\bar{R})^D$ 10^3 in./in. ²
CTA	5.0	3.14	0.14	0.70	0.4	2.0
LDPE	1.0	5.55	0.84	2.47	2.4	7.0
PP	0.75	11.3	1.19	3.11	3.4	8.8
PC	4.0	12.9	0.59	1.55	1.7	4.4
HDPE	1.0	26.0	1.87	5.02	5.3	14.2
PET	2.5	26.1	2.13	4.20	6.0	11.9
PET	4.0	27.1	1.42	2.75	4.0	7.8
PET	7.0	28.4	1.71	2.72	4.8	7.7

NOTE 1—See Table 3 for footnote explanation.

laboratory or in different laboratories, the means should be judged not equivalent if they differ by more than the R value for that material.

13.3.3 Any judgment made in accordance with 13.3.1 and 13.3.2 would have an approximate 95 % (0.95) probability of being correct.

13.3.4 For further information, see Practice E 691.

13.4 *Bias*—The systematic error which contributes to the difference between a test result and a true (or reference) value.

There are no recognized standards on which to base an estimate of bias for these test methods.

14. Keywords

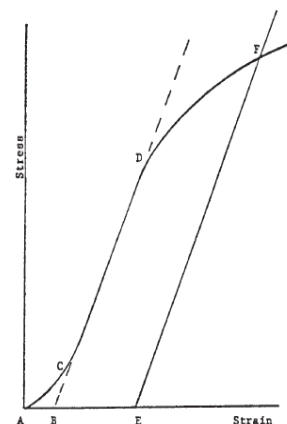
14.1 modulus of elasticity; plastic film; plastic sheeting; tensile properties; tensile strength; toughness; yield stress

ANNEXES

(Mandatory Information)

A1. TOE COMPENSATION

A1.1 In a typical stress-strain curve (Fig. A1.1) there is a

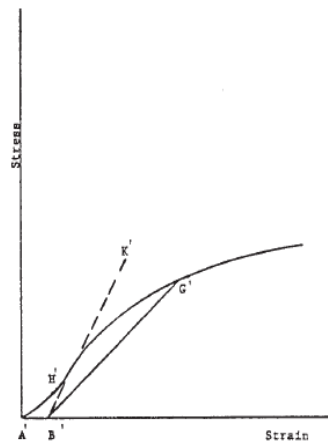


NOTE 1—Some chart recorders plot the mirror image of this graph.
 FIG. A1.1 Material with Hookean Region

toe region, AC , which does not represent a property of the material. It is an artifact caused by a takeup of slack, and alignment or seating of the specimen. In order to obtain correct values of such parameters as modulus, strain, and offset yield point, this artifact must be compensated for to give the corrected zero point on the strain or extension axis.

A1.2 In the case of a material exhibiting a region of Hookean (linear) behavior (Fig. A1.1), a continuation of the linear (CD) region of the curve is constructed through the zero-stress axis. This intersection (B) is the corrected zero-strain point from which all extensions or strains must be measured, including the yield offset (BE), if applicable. The elastic modulus can be determined by dividing the stress at any point along the line CD (or its extension) by the strain at the same point (measured from point B , defined as zero-strain).

A1.3 In the case of a material that does not exhibit any linear region (Fig. A1.2), the same kind of toe correction of the zero-strain point can be made by constructing a tangent to the maximum slope at the inflection point (H'). This is extended to intersect the strain axis at point B' , the corrected zero-strain point. Using point B' as zero strain, the stress at any point (G') on the curve can be divided by the strain at that point to obtain a secant modulus (slope of line $B'G'$). For those materials with no linear region, any attempt to use the tangent through the inflection point as a basis for determination of an offset yield point may result in unacceptable error.



NOTE 1—Some chart recorders plot the mirror image of this graph.
FIG. A1.2 Material with No Hookean Region

A2. DETERMINATION OF TENSILE ENERGY TO BREAK

A2.1 Tensile energy to break (TEB) is defined by the area under the stress-strain curve, or

$$TEB = \int_0^{\epsilon_T} S d\epsilon \quad (A2.1)$$

where S is the stress at any strain, ϵ , and ϵ_T is the strain at rupture. The value is in units of energy per unit volume of the specimen's initial gage region. TEB is most conveniently and accurately measured with a tension tester equipped with an integrator. The calculation is then:

$$TEB = \frac{(I/K)}{(\text{mean caliper})(\text{specimen width})(\text{gage length})} \quad (A2.2)$$

where I is the integrator count reading and K is the maximum possible count per unit time for a constant full scale load. This whole calculation is typically done electronically. The results are best expressed in megajoules per cubic metre (or inch-pounds-force per cubic inch).

A2.2 Without an integrator, the area under the recorded stress-strain curve can be measured by planimeter, counting

squares, or weighing the cut-out curve. These techniques are time-consuming and likely to be less accurate, since the load scale on some chart paper is not in round-number dimensions. Moreover, if the curve coordinates are in terms of force and extension instead of stress and strain, the calculated energy, corresponding to the measured area, must be divided by the product of gage length, specimen width, and mean caliper:

$$TEB = \frac{(\text{curve area})(\text{force per unit chart scale})}{(\text{extension per unit chart travel})(\text{mean caliper})(\text{specimen width})(\text{gage length})} \quad (A2.3)$$

A2.3 For example, if the area under a force-extension curve is 60 000 mm², the load coordinate is 2.0 N/mm of chart scale, the extension coordinate is 0.25 mm of extension per mm of chart travel, and the specimen dimensions are 0.1 mm caliper, 15 mm width and 100 mm gage length, then the calculation for tensile energy to break is:

$$TEB = \frac{(60\,000\text{ mm}^2)(2.0\text{ N/mm})(0.25 \times 10^{-3}\text{ m/mm})}{(0.1 \times 10^{-3}\text{ m})(15 \times 10^{-3}\text{ m})(100 \times 10^{-3}\text{ m})} \quad (A2.4)$$

$$TEB = 200\text{ MJ/m}^3$$

SUMMARY OF CHANGES

the location of selected changes to this test method. For the convenience of the user, lighted those changes that may impact the use of this test method. This section may also include changes or reasons for the changes, or both.

D 882 – 97:

- (1) Note 3 rewritten and moved.
- (2) ISO equivalency statement changed in Note 4.
- (3) ISO reference changed in 2.2.
- (4) Apparatus section (Section 5) rewritten.
- (5) Table 1 deleted. Table 2 renumbered as Table 1.
- (6) Sections 10.3 and 10.4 rewritten.
- (7) Note 13 deleted. New Note 12 added.

Referenced Documents section.

There is no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk thereof, are entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and revised or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards to ASTM International Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should contact the ASTM Committee on Standards, at the address shown below.

Copyright by ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, reprints (single or multiple copies) of this standard may be obtained by contacting ASTM at the above address (phone), 610-832-9555 (fax), or service@astm.org (e-mail); or through the ASTM website

Anexo 3: ASTM D- 3418 -99 “Métodos estándar de prueba para temperatura de transición de polímeros por calorimetría diferencial de barrido”



Designation: D 3418 – 03

Standard Test Method for Transition Temperatures of Polymers By Differential Scanning Calorimetry¹

This standard is issued under the fixed designation D 3418; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon (ϵ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

This standard has been approved for use by agencies of the Department of Defense.

1. Scope*

1.1 This test method covers determination of transition temperatures and enthalpies of fusion and crystallization of polymers by differential scanning calorimetry.

NOTE 1—True heats of fusion are to be determined in conjunction with structure investigation, and frequently, specialized crystallization techniques are needed.

1.2 This test method is applicable to polymers in granular form or to any fabricated shape from which it is possible to cut appropriate specimens.

1.3 The normal operating temperature range is from the cryogenic region to 600°C. Certain equipment allows the temperature range to be extended.

1.4 The values stated in SI units are the standard.

NOTE 2—This test method does not apply to all types of polymers as written (see 6.8).

1.5 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

NOTE 3—This standard is similar but not equivalent to ISO 11357-1, -2, -3. The ISO procedures provide additional information not supplied by this test method.

2. Referenced Documents

2.1 *ASTM Standards:*²

- E 473 Terminology Relating to Thermal Analysis
- E 793 Test Method for Enthalpies of Productivity and Crystallization by Differential Scanning Calorimetry
- E 794 Test Method for Melting and Crystallization Tem-

perature by Thermal Analysis

E 967 Practice for Temperature Calibration of Differential Scanning Calorimeters and Differential Thermal Analyzers

E 968 Practice for Heat Flow Calibration of Differential Scanning Calorimeters

E 1142 Terminology Relating to Thermophysical Properties

E 1356 Test Method for Glass Transition Temperatures by Differential Scanning Calorimetry or Differential Thermal Analysis

E 1953 Practice for Description of Thermal Analysis Apparatus

2.2 *ISO Standards:*³

ISO 11357-1 Plastics—Differential Scanning Calorimetry (DSC)—Part 1: General Principles

ISO 11357-2 Plastics—Differential Scanning Calorimetry (DSC)—Part 2: Determination of Glass Transition Temperature

ISO 11357-3 Plastics—Differential Scanning Calorimetry (DSC)—Part 3: Determination of Temperature and Enthalpy of Melting and Crystallization

3. Terminology

3.1 Specialized terms used in this test method are defined in Terminologies E 473 and E 1142.

4. Summary of Test Method

4.1 This test method consists of heating or cooling the test material at a controlled rate under a specified purge gas at a controlled flow rate and continuously monitoring with a suitable sensing device the difference in heat input between a reference material and a test material due to energy changes in the material. A transition is marked by absorption or release of energy by the specimen resulting in a corresponding endothermic or exothermic peak or baseline shift in the heating or cooling curve. Areas under the crystallization exotherm or fusion endotherm of the test materials are compared against the respective areas obtained by the treatment of a well-characterized standard.

5. Significance and Use

5.1 Thermal analysis provides a rapid method for measuring transitions due to morphological or chemical changes, in a polymer as it is heated/cooled through a specified temperature range. Change in specific heat capacity, heat flow and temperature values are determined for these transitions. Differential scanning calorimetry is used to assist in identifying specific polymers, polymer alloys, and certain polymer additives, which exhibit thermal transitions. Chemical reactions that cause or affect certain transitions have been measured with the aid of this technique; such reactions include oxidation, curing of thermosetting resins, and thermal decomposition.

5.2 This test method is useful for specification acceptance, process control, and research.

6. Interferences

6.1 Differences in heating or cooling rate as well as the final heating and cooling temperature have an effect on the measured results, especially on the enthalpy of fusion or crystallization. Therefore, departure from conditions specified for a given polymer is not permitted.

6.2 The presence of impurities is known to affect the transition temperature, particularly if an impurity tends to form solid solutions, or to be miscible in the melt phase.

6.3 Uncertain radiation losses at temperatures higher than 400°C have been known to affect the accuracy of results at times.

6.4 Since particle size has an effect upon detected transition temperatures, the specimens to be compared shall be approximately the same particle size (1-5).⁴

6.5 In cases that specimens react with air during the temperature cycle, provision shall be made for running the test under an inert gas blanket to avoid any incorrect measurement. Since some materials degrade near the melting region, care must be used to distinguish between degradation and transition.

6.6 Since milligram quantities of a specimen are used, it is essential to ensure that specimens are homogeneous and representative.

6.7 It is possible that toxic or corrosive effluents are released when heating the material, and be harmful to the personnel or to the apparatus.

6.8 Not all polymers lend themselves to the exact terms of this test method. For some polymers such as polyarylamides, crystallization is only possible from solution. For other polymers such as crystallizable polystyrene, annealing is only possible above their glass transition temperatures. When this test method is used for polymers of this type, carefully annealed samples must be tested without conditioning.

7. Apparatus

7.1 *Differential Scanning Calorimeter (DSC)*—The essential instrumentation required to provide the minimum differential scanning calorimetric capability for this test method includes:

7.1.1 *DSC Test Chamber*—This chamber is composed of the following:

7.1.1.1 *Furnace(s)*, to provide uniform controlled heating (cooling) of a specimen and reference to a constant temperature or at a constant rate within the applicable cryogenic to 600°C temperature range of this test method.

7.1.1.2 *Temperature Sensor*, to provide an indication of the specimen temperature to $\pm 0.01^\circ\text{C}$.

7.1.1.3 *Differential Sensor*, to detect heat flow difference between the specimen and reference equivalent to 1 mW.

7.1.1.4 *Means of Sustaining a Test Chamber Environment* of purge gas at a purge flow rate of 10 to 50 ± 5 mL/min.

NOTE 4—Typically, 99+ % pure nitrogen, argon or helium are employed when oxidation in air is a concern. Unless effects of moisture are to be studied, use of dry purge gas is recommended and is essential for operation at sub-ambient temperatures.

7.1.2 *Temperature Controller*, Temperature Controller, capable of executing a specific temperature program by operating the furnace(s) between selected temperature limits at a rate of temperature change of 0.5 to 20°C/min constant to $\pm 0.1^\circ\text{C}/\text{min}$ or at an isothermal temperature constant to $\pm 0.1^\circ\text{C}$.

7.1.3 *Recording Device*, capable of recording and displaying any fraction of the heat flow signal (DSC curve) including the signal noise as a function of temperature.

7.1.4 *Software*, for integrating areas under endothermic valleys or exothermic peaks, or both.

7.1.5 *Containers* (pans, crucibles, and so forth) that are inert to the specimen and reference materials and which are of suitable structural shape and integrity to contain the specimen and reference in accordance with the specific requirements of this test method.

7.1.6 Cooling capability to hasten cool down from elevated temperatures, to provide constant cooling rates of 0.5 - 20 °C/min to obtain repeatable crystallization temperatures, to achieve sub-ambient operation, or to sustain an isothermal sub-ambient temperature, or combination thereof.

7.2 *Balance*, capable of weighing to ± 10 μg .

8. Sample

8.1 *Powdered or Granular Specimens*—Avoid grinding if the preliminary thermal cycle as outlined in 10.1.3 is not performed. Grinding or similar techniques for size reduction often introduce thermal effects because of friction or orientation, or both, and thereby change the thermal history of the specimen.

8.2 *Molded or Pelleted Specimens*—Cut the specimens with a microtome, razor blade, hypodermic punch, paper punch, or cork borer (Size No. 2 or 3) or other appropriate means to appropriate size, in thickness or diameter and length that will best fit the specimen containers as in 7.1.5 and will approximately meet the desired weight in the subsequent procedure.

8.3 *Film or Sheet Specimens*—For films thicker than 40 μm , see 8.2. For thinner films, cut slivers to fit in the specimen capsules or punch disks, if the circular specimen capsules are used.

8.4 Use any shape or form listed in 8.1-8.3 except when conducting referee tests that shall be performed on films as specified in 8.3.

¹ This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee D20 on Plastics and is the direct responsibility of Subcommittee D20.30 on Thermal Properties (Section D20.30.07).

Current edition approved December 1, 2003. Published January 2004. Originally approved in 1975. Last previous edition approved in 1999 as D 3418 - 99.

² For referenced ASTM standards, visit the ASTM website, www.astm.org, or contact ASTM Customer Service at service@astm.org. For *Annual Book of ASTM Standards*, volume information, refer to the standard's Document Summary page on the ASTM website.

³ Available from American National Standards Institute (ANSI), 25 W. 43rd St., 4th Floor, New York, NY 10036.

*A Summary of Changes section appears at the end of this standard.

Copyright © ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States.

9. Calibration

- 9.1 The purge gas shall be used during calibration.
- 9.2 Calibrate the DSC temperature signal using Practice E 967 and the same heating rate to be used in this test method (10°C/min) (see Note 5).
- 9.3 Calibrate the DSC heat flow signal using Practice E 968 and the same heating rate to be used in this test method (10°C/min) (see Note 5).
- 9.4 Some instruments allow for the temperature and heat flow calibration to be performed simultaneously. In such cases, use the same heating rate for this method (10°C/min) and follow the manufacturer's instruction.

NOTE 5—Use of other heating rates is permitted but shall be reported. It is the responsibility of the user of other rates to demonstrate equivalency to this test method.

10. Procedure

10.1 For First-Order Transition (melting and crystallization):

- 10.1.1 The purge gas shall be used during testing. The flow rate of the gas shall be the same as used in the calibration (9.1).
- 10.1.2 Use a specimen mass appropriate for the material to be tested. In most cases a 5-mg specimen mass is satisfactory. Avoid overloading. Weigh the specimen to an accuracy of ± 10 μ g.
 - 10.1.2.1 Intimate thermal contact between the pan and specimen is essential for reproducible results. Crimp a metal cover against the pan with the sample sandwiched in between to ensure good heat transfer. Take care to ensure flat pan bottoms.
- 10.1.3 Perform and record a preliminary thermal cycle by heating the sample at a rate of 10°C/min from at least 50°C below to 30°C above the melting temperature to erase previous thermal history.

NOTE 6—The selection of temperature and time are critical when the effect of annealing is studied. Minimize the time of exposure to high temperature to avoid sublimation or decomposition. In some cases it is possible that the preliminary thermal cycle will interfere with the transition of interest, causing an incorrect transition or eliminating a transition. Where it has been shown that this effect is present, omit the preliminary thermal cycle.

- 10.1.4 Hold the temperature for 5 min (10.1.3).

NOTE 7—In cases that high-temperature annealing cause polymer degradation, the use of shorter annealing times is permitted but shall be reported.

- 10.1.5 Cool to at least 50°C below the peak crystallization temperature at a rate of 10°C/min and record the cooling curve.
- 10.1.6 Hold the temperature for 5 min.
- 10.1.7 Repeat heating at a rate of 10°C/min and record the heating curve. Use this curve to calculate the enthalpies of transition.

- 10.1.8 Measure the temperatures for the desired points on the curves: T_{elm} , T_{pm} , T_{em} , T_{pm} , T_{elc} , T_{pc} , and T_{ec} (see Fig. 1). Report two T_{pm} 's or T_{pc} 's if observed.

where:

- T_{elm} = melting extrapolated onset temperature, °C,
- T_{em} = melting extrapolated end temperature, °C,
- T_{pm} = melting peak temperature, °C,
- T_{elc} = crystallization extrapolated onset temperature, °C,
- T_{pc} = crystallization peak temperature, °C, and
- T_{ec} = crystallization extrapolated end temperature, °C.

NOTE 8—The actual temperature displayed on the temperature axis depends upon the instrument type (for example, specimen temperature, program temperature, or specimen-program temperature average). Follow any recommended procedures or guidelines of the instrument manufacturer to obtain specimen temperature at the point of interest.

10.2 For Glass Transition:

- 10.2.1 The purge gas shall be used during testing. The flow rate of the gas shall be the same as used in the calibration (9.1).
- 10.2.2 Use a specimen mass appropriate for the material to be tested. In most cases, a 10 to 20-mg specimen mass is satisfactory. Weigh the specimen to an accuracy of ± 10 μ g.
- 10.2.3 Perform and record a preliminary thermal cycle by heating the sample at a rate of 20°C/min from at least 50°C below to 30°C above the melting temperature to erase previous thermal history.
- 10.2.4 Hold the temperature for 5 min. (See Note 7.)
- 10.2.5 Quench cool to at least 50°C below the transition temperature of interest.
- 10.2.6 Hold the temperature for 5 min.
- 10.2.7 Repeat heating at a rate of 20°C/min, and record the heating curve until all desired transitions have been completed. (See Note 5.)
- 10.2.8 The glass transition is more pronounced at faster heating rates. A heating rate of 20°C/min is used for T_g measurements. The instrument shall be calibrated at this heating rate. If both first- and second-order transitions (T_m and T_g , respectively) are to be determined in the same run, use procedure 10.1 and determine results from the second heating step (10.1.7).

NOTE 9— T_g obtained using Procedure 10.1 will be different from T_g measured using procedures 10.2.3-10.2.7. The heating rate must be reported as described in 12.1.3.

- 10.2.9 Measure temperatures T_{elg} , T_{mg} , and T_{eg} (see Fig. 2):

where:

- T_{elg} = extrapolated onset temperature, °C,
- T_{mg} = midpoint temperature, °C, and
- T_{eg} = extrapolated end temperature, °C.

A new baseline will likely be established after the transition, rather than a peak (see Note 10). For most applications, the T_{mg} temperature is more meaningful. In those cases, designate T_{mg} as the glass transition temperature (T_g) in place of the extrapolated onset for the glass transition curve.

NOTE 10—Stress relaxation peaks, caused by annealing, that appear in some polymers above the glass transition are normally eliminated by the preliminary thermal cycle and a new baseline will be established after the transition.

11. Calculation for Heat of Fusion and Crystallization

- 11.1 Construct a baseline by connecting the two points at which the melting endotherm or freezing exotherm deviate from the relatively straight baseline, caused by a signal that is

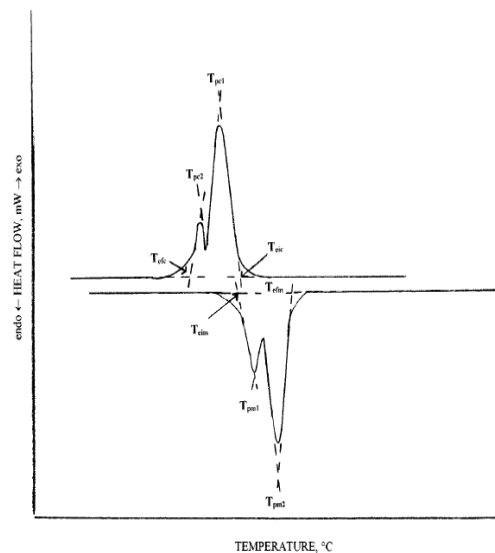


FIG. 1 First-Order Transition of Nylon

proportional to the difference in heat flow between the reference and specimen capsules (Fig. 3 and Fig. 4).

- 11.2 The method described in 11.1 is not applicable for certain materials. In such cases, other graphical means must be developed for enclosing the peak areas as agreed upon between the manufacturer and the purchaser (4-8).

- 11.3 Integrate the area under the fusion heat flow endotherm or crystallization exotherm as a function of time to yield enthalpy or heat (mJ) of the transition.

- 11.4 Calculate the mass normalized enthalpy or heat of transition by dividing the enthalpy obtained in 11.3 by the mass of the test specimen. Report this mass normalized enthalpy of transition (J/g).

12. Report

- 12.1 Report the following information:
 - 12.1.1 Complete identification and description of the material tested, including source, manufacturer's code,
 - 12.1.2 Description of instrument used for the test,
 - 12.1.3 Statement of the mass, dimensions, geometry, and materials of the specimen container, and the heating rate,
 - 12.1.4 Description of temperature calibration procedure,
 - 12.1.5 Identification of the sample atmosphere by purge gas flow rate, purity, and composition, including humidity, if applicable,

- 12.1.6 Results of the transition measurements using the temperature parameters cited in Fig. 1, or any combination of parameters suitable for the purpose in hand. T_{pm} and T_{elc} that are commonly used as single characteristic temperatures for the first-order transition of semicrystalline polymers but must be identified by including the subscript.

- 12.1.7 Heat of fusion or crystallization, or both, and
- 12.1.8 Any side reaction (for example, crosslinking, thermal degradation, or oxidation), and the reaction identified if possible.

13. Precision and Bias

- 13.1 A complete Precision and Bias statement is not available.

- 13.1.1 The precision of this test method for measuring first-order melting and crystallization temperatures is essentially equivalent to the that of Test Method E 794 (RR-E37-1001).

- 13.1.2 The precision for measuring the glass transition temperature is essentially equivalent to that of Test Method E 1356 (RR-E37-1013).

- 13.1.3 The precision for measuring the enthalpies of melting and crystallization is essentially equal to the precision stated in Test Method E 793.

- 13.2 Precision:

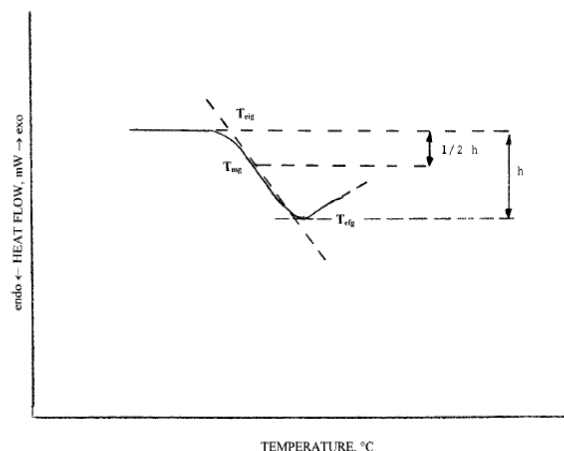


FIG. 2 Assignment of Glass Transition of Poly(Methyl Methacrylate) (PMMA)

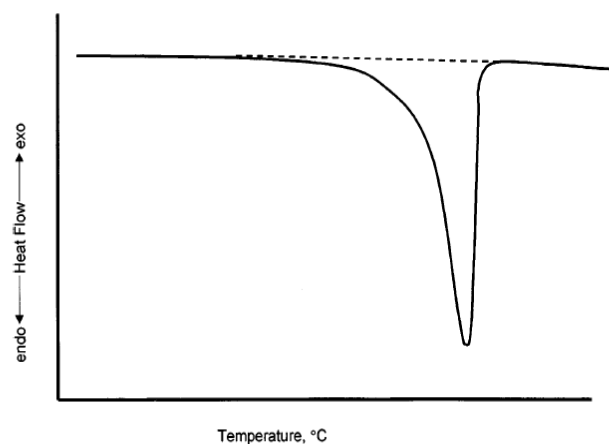


FIG. 3 Typical Heating Curve for Polyethylene

13.2.1 Describe the within laboratory variability using the repeatability value (r) obtained by multiplying the standard deviation by 2.8. The repeatability value estimates the 95 % confidence limit.

13.2.2 An interlaboratory study was conducted in 1998 in which the temperature of melting and crystallization of a

polypropylene sample were determined in nine laboratories. Repeatability values of $r = 2.3$ and 1.0°C were obtained for the melting and crystallization onset temperatures, respectively.

13.2.3 An interlaboratory study was conducted in 1984 in which glass transition temperature for three materials were determined in six laboratories. Repeatability values of $r = 2.2$,

1.9, and 2.8°C were obtained for the glass transition midpoint temperature for a polyurethane, a polystyrene, and a epoxy glass composite, respectively.

13.2.4 An interlaboratory study was conducted in 1998 in which the enthalpy of fusion and crystallization for a polypropylene and a metallic sample was tested by nine laboratories. Repeatability values of $r = 10$ and 3.4% were obtained for enthalpy of fusion and crystallization, respectively.

13.2.5 Describe the between-laboratory variability using the reproducibility value (R) obtained by multiplying the standard deviation by 2.8. The reproducibility value estimates the 95 % confidence limit.

13.2.6 Reproducibility values of $R = 2.7$ and 4.2°C were obtained for melting and crystallization onset temperatures for polypropylene, respectively.

13.2.7 Reproducibility values of $R = 4.2$, 2.0 , and 5.2°C were obtained for the glass transition midpoint temperature for a polyurethane, a polystyrene, and a epoxy glass composite, respectively.

13.2.8 Reproducibility values of $R = 22$ and 7.3% were obtained for the enthalpy of melting and crystallization, respectively.

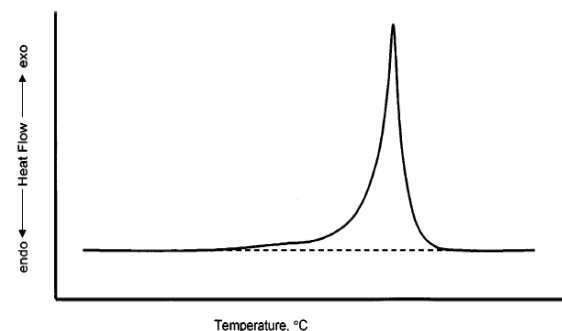


FIG. 4 Typical Freezing Curve for Polyethylene

13.3 Bias:

13.3.1 The bias of this test method for determining the first-order melting and crystallization temperature is essentially the same as the bias for Test Method E 794 and is estimated to be $\pm 1.1^\circ\text{C}$ (RR-E37-1001).

13.3.2 The bias for this test method for determining the glass transition temperature is undetermined as there are no reference values available for the materials tested.

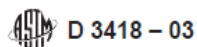
13.3.3 An estimation of bias was obtained by comparing the enthalpy of fusion obtained for a metallic tin sample to literature values for this material. The bias was found to be less than 0.1% . This indicates an absence of significant bias.

14. Keywords

14.1 crystallization; crystallization temperature; differential scanning calorimetry (DSC); enthalpy; first-order transition; glass transition; heat of crystallization; heat of fusion; heat of transition; melting; melting temperature; polymer; transition temperature

REFERENCES

- (1) Slade, F. E., and Jenkins, L. T., "Techniques and Methods of Polymer Evaluation," *Thermal Analysis*, Vol 1, Marcel Dekker, ed., New York, NY, 1966, p. 91.
- (2) Smothers, W. J., and Chiang, Yao, *Handbook of Differential Thermal Analysis*, Chemical Publishing Co., New York, NY, 1966, p. 143.
- (3) Gurn, P. D., *Thermoanalytical Methods of Investigation*, Academic Press, New York, NY, 1965, p. 95.
- (4) Wunderlich, B., *Differential Thermal Analysis in Physical Methods of Chemistry*, Vol 1, Part V, A. Weissberger and B. W. Rossiter, eds., John Wiley and Sons, Inc., New York, NY, 1971.
- (5) Wunderlich, B., *Macromolecular Physics*, Academic Press, New York, NY, 1973.
- (6) Gray, A. P., *Thermochimica Acta*, THACA, Vol 1, 1970, pp. 563-579.
- (7) "Analytical Calorimetry," *Proceedings of the American Chemical Society Symposium on Analytical Calorimetry*, San Francisco, CA, April 2-5, 1968, Plenum Press, New York, NY.
- (8) "Analytical Calorimetry," Vol 2, *Proceedings of the Symposium on Analytical Calorimetry*, Chicago, IL, Sept. 13-18, 1970, Plenum Press, New York, NY.



D 3418 – 03

SUMMARY OF CHANGES

This section identifies the location of selected changes to this test method. For the convenience of the user, Committee D20 has highlighted those changes that may impact the use of this test method. This section may also include descriptions of the changes or reasons for the changes, or both.

D 3418 – 03:

(1) Combined D 3417 and D 3418 into one standard.

(2) Updated the reference documents.

D 3418 – 99:

(1) Revisions have been made to modernize this test method and make it compatible with Practice E 1953. Upgrades have been made to the title and Sections 1, 2, 5, 7, 9, 10, 12, and 13.

ASTM International takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM International Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, at the address shown below.

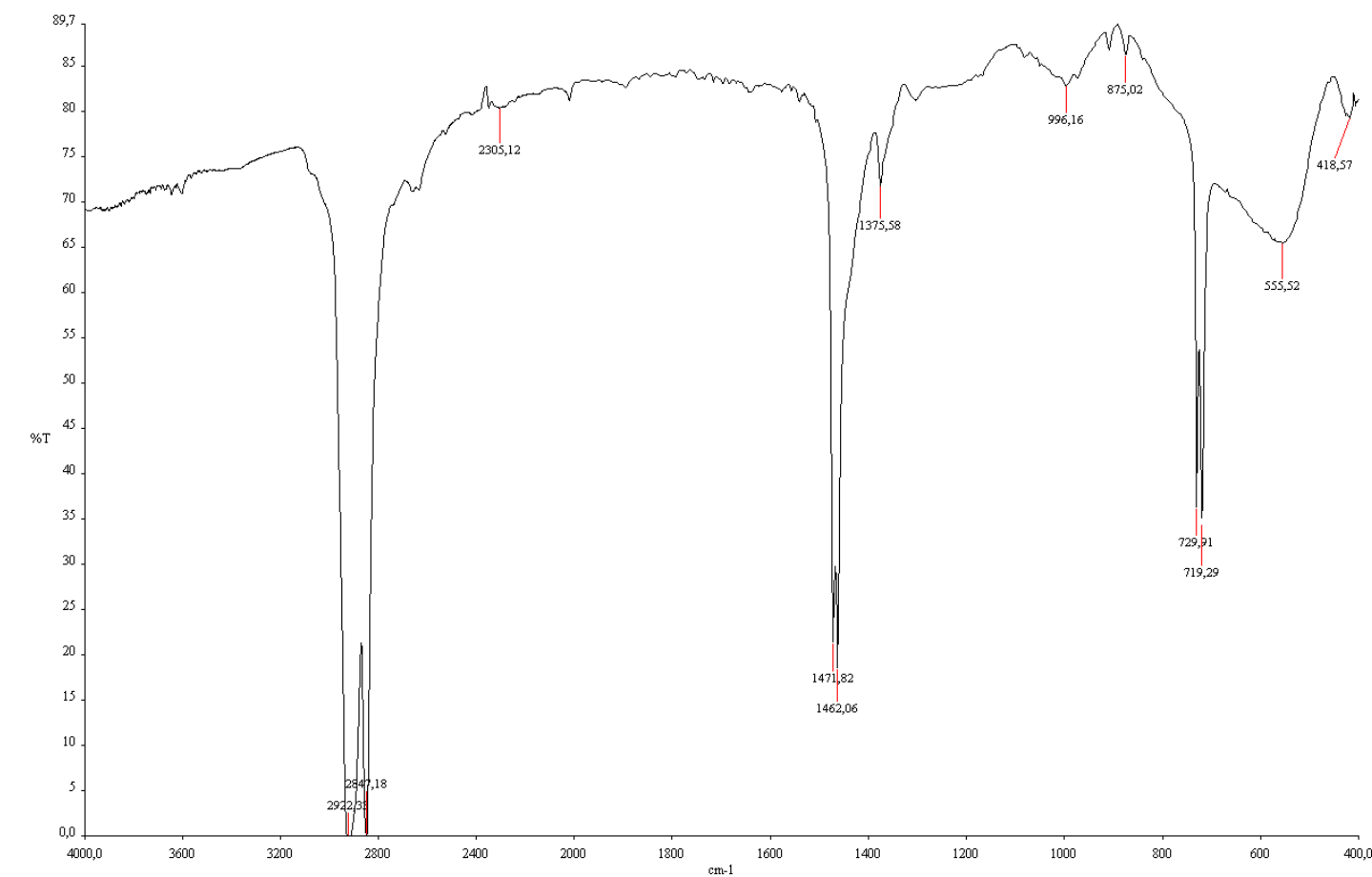
This standard is copyrighted by ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States. Individual reprints (single or multiple copies) of this standard may be obtained by contacting ASTM at the above address or at 610-832-9585 (phone), 610-832-9555 (fax), or service@astm.org (e-mail); or through the ASTM website (www.astm.org).

Anexo 4: Temperatura máxima y mínima en el Ecuador. Año 2012

Localidades	Temperatura anual (°c)	
	máxima	mínima
Región Costa		
Esmeraldas	31,4	21,5
La concordia	31,9	19,9
Sto. domingo	29,9	18,7
Puerto ila	31,8	20,2
Chone	33,4	19,6
Portoviejo	34,2	19,2
Pichilingue	33,3	20,1
Babahoyo	33,5	21
Milagro	33,3	20,5
Guayaquil	33,2	21
Santa rosa	32,4	20,6
Zaruma	32,9	16,3
San critobal	30	20,5
Región Sierra		
Tulcan	19,8	3,2
El angel	19,3	3,2
San gabriel	20,9	2,8
Inguincho	17,6	4
Otavalo	24,1	3,7
Tomalon	25	6,5
Quito-iñaquito	24,9	8,3
La tola	25,5	5,8
Izobamba	20,8	3
Latacunga	23,5	4,4
El corazón	23,2	11,6
Rumipamba	24	3,9
Ambato	24,4	6,7
Querochaca	22,5	4,1
Riobamba	25	3,8
Cañar	19	3,5
Cuenca	24,9	6,7
Paute	27,6	7,4
Gualaceo	27,2	6,7
Loja la argelia	24,8	8,4
Celica	23,1	9,5
Cariamanga	27,7	12,6
Región Oriente		
Lago agrio	33,9	19,8
El coca	34,7	20,2
Nvo. rocafuerte	34,2	20,4
Pastaza	29,3	16,3
Puyo	29,7	14,4
Macas	30,3	14,6

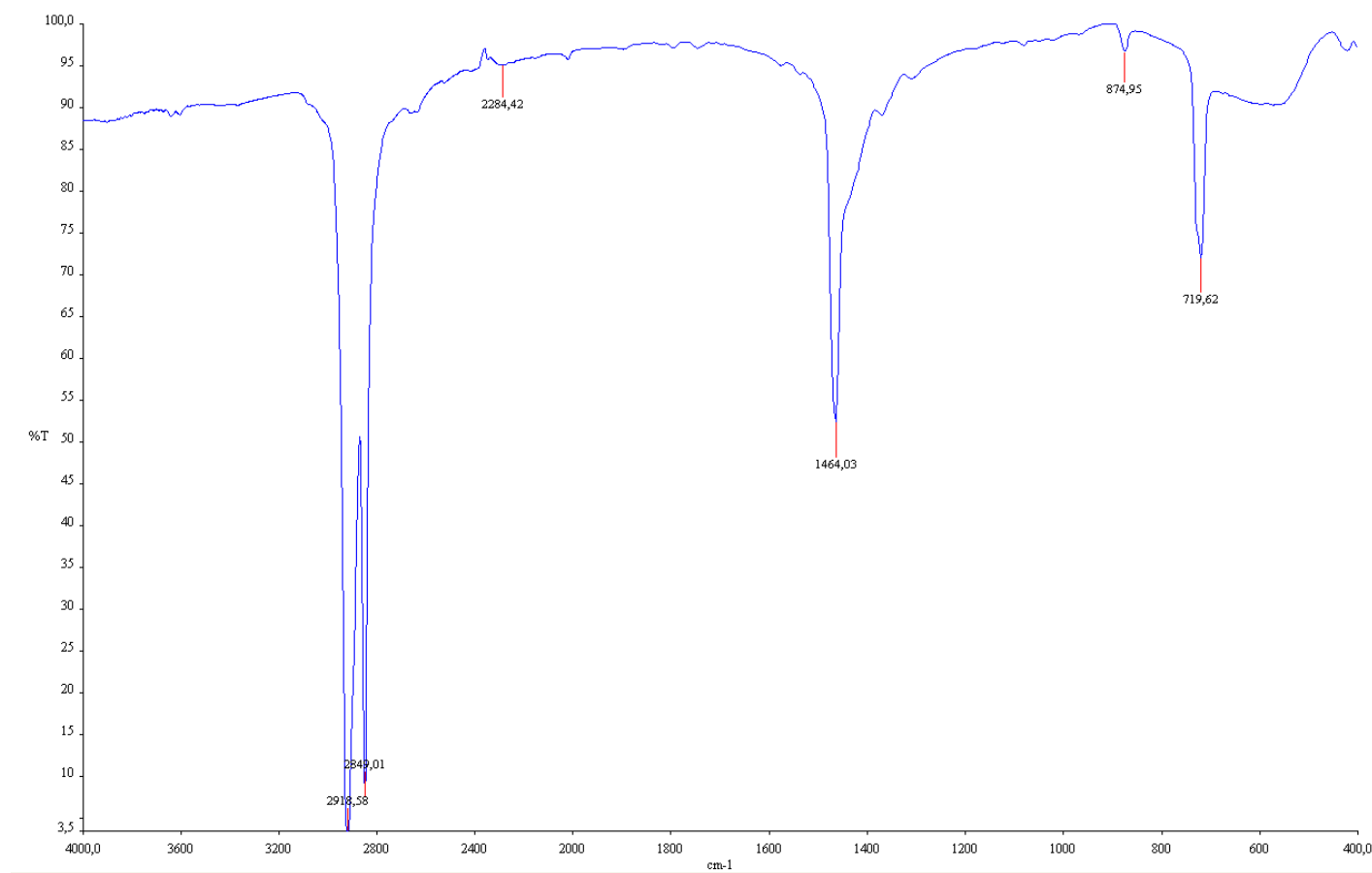
Fuente: Instituto Nacional de Meteorología e Hidrología, anuario 2012

Anexo 5. Espectrogramas de FTIR resultado muestra 1 fresco, expuesto, y etapa de degradación región Sierra.



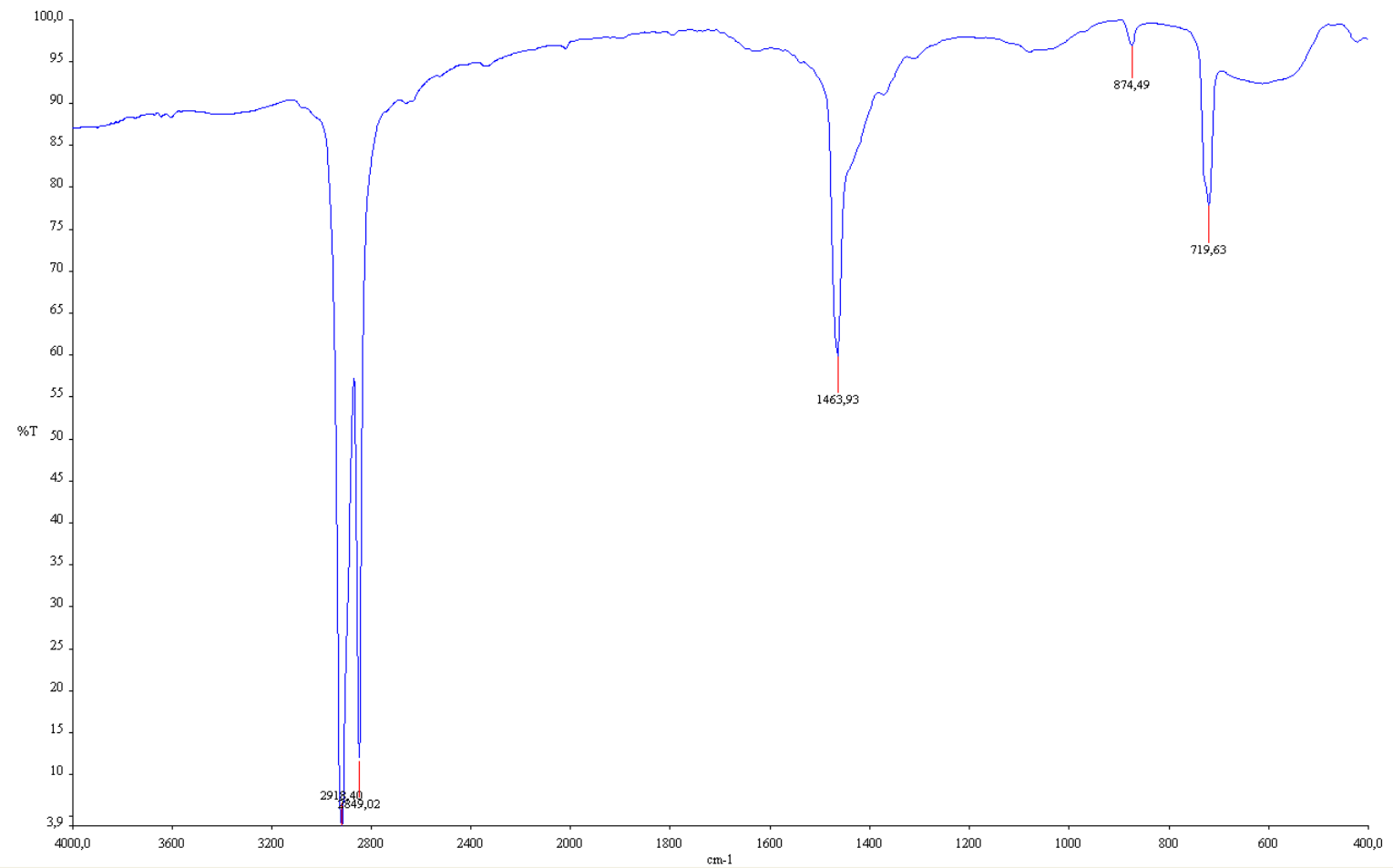
Espectrograma muestra 1 fresca

Elaborado por: Nelly Escobar



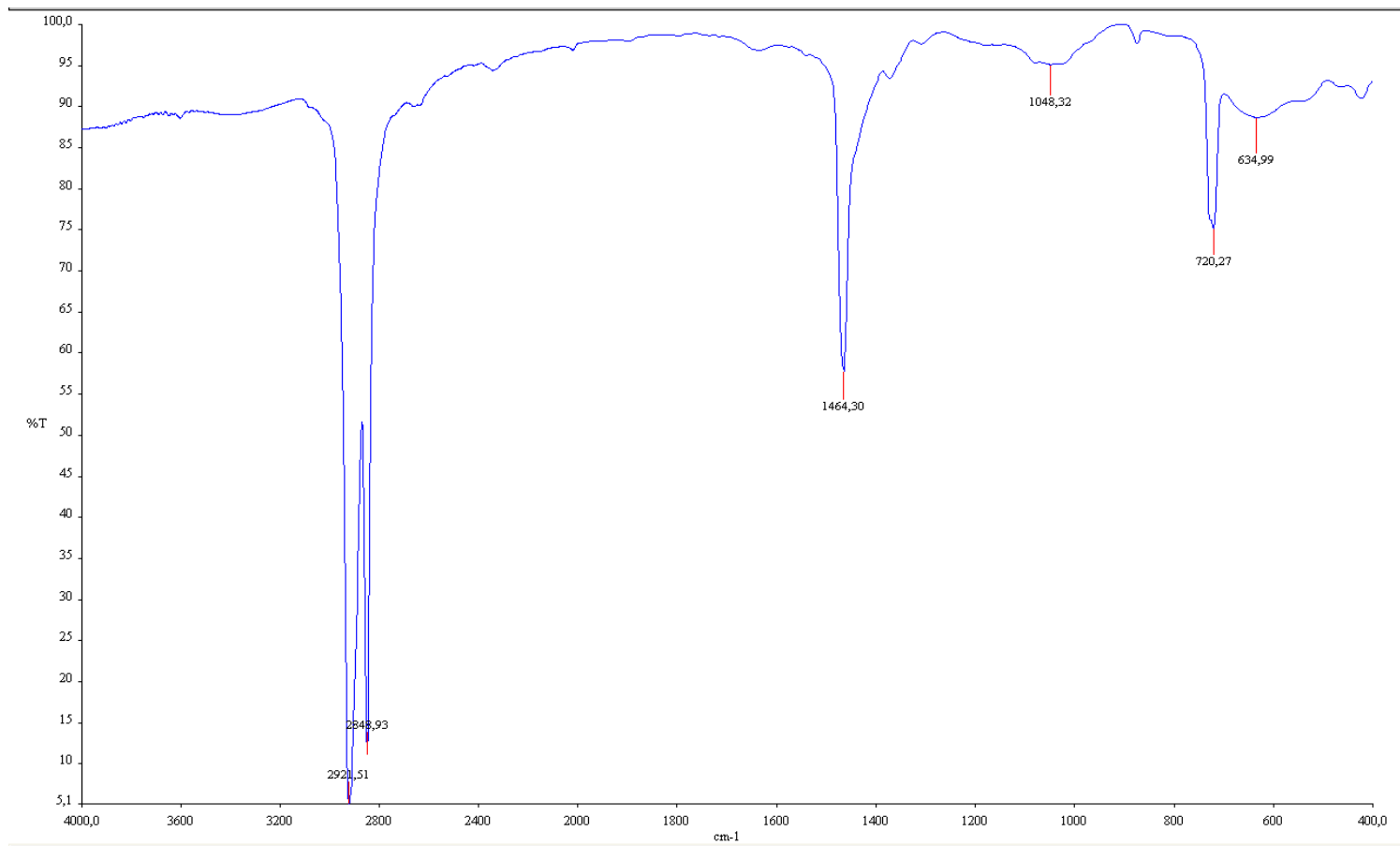
Espectrograma muestra 1 expuesta

Elaborado por: Nelly Escobar



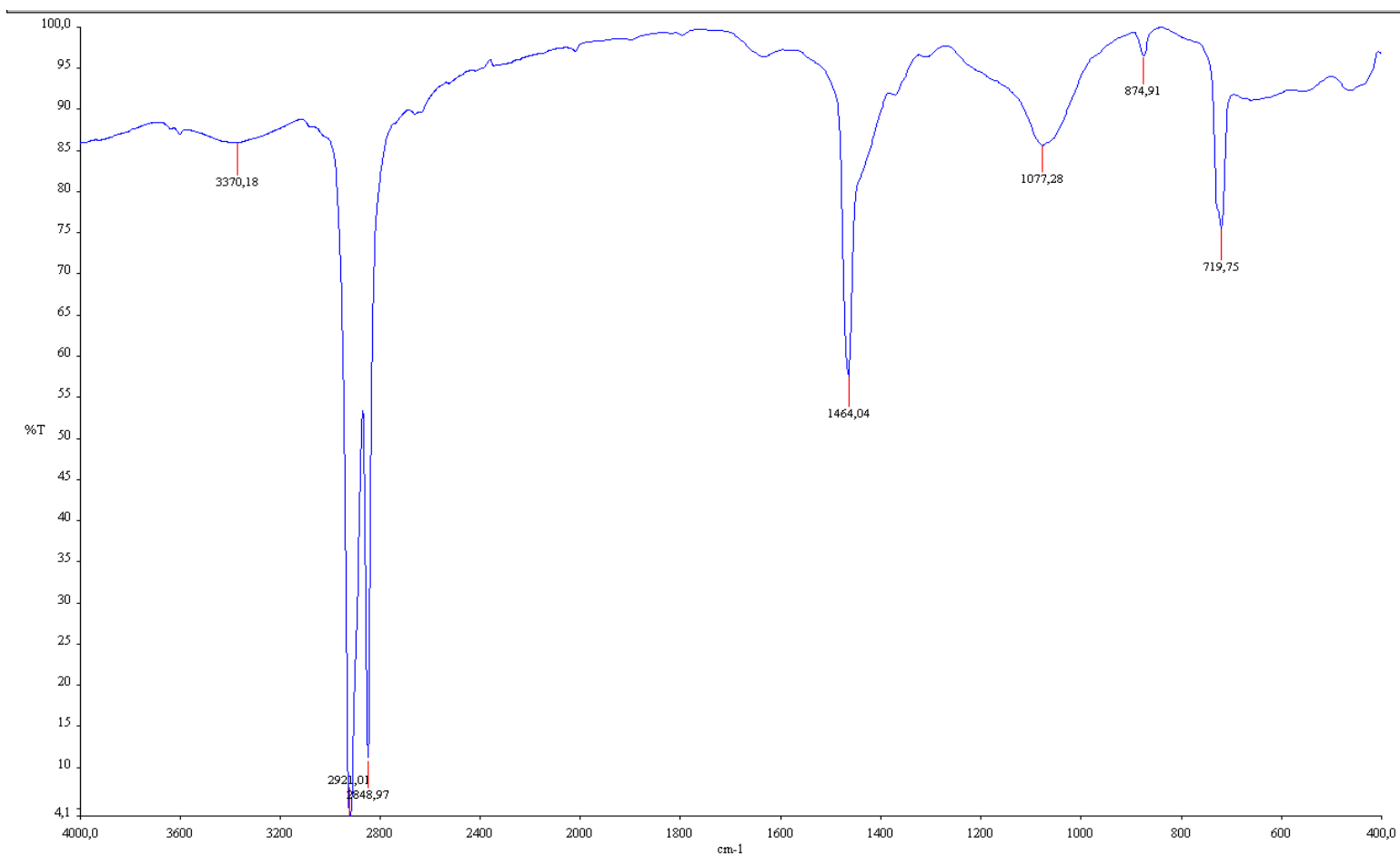
Espectrograma muestra 1 primer mes en el biorreactor

Elaborado por: Nelly Escobar



Espectrograma muestra 1 segundo mes en el biorreactor

Elaborado por: Nelly Escobar



Espectrograma muestra 1 tercer mes en el biorreactor

Elaborado por: Nelly Escobar